Entwicklung und Aufbau zweier Siedeapparaturen zur Untersuchung des Wärmeübergangs weitsiedender binärer niedrig- und hochviskoser Gemische

Dissertation

zur

Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur

der

Fakultät für Maschinenbau

der Ruhr-Universität Bochum

von

Irhad Buljina

aus Bugojno (Bosnien)

Bochum 2010

Dissertation eingereicht am: 24. März 2010

Tag der mündlichen Prüfung: 28. Mai 2010

Erster Referent: Prof. Dr.-Ing. Roland Span

Zweite Referentin: Prof.Dr.-Ing Andrea Luke

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik der Universität Paderborn unter Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. Roland Span. Nach der Berufung von Prof. Dr.-Ing. Roland Span an den Lehrstuhl für Thermodynamik der Ruhr-Universität Bochum würde die Arbeit abgeschlossen.

Mein besonderer Dank gilt dem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. R. Span, der diese Arbeit angeregt und durch kritische Hinweise und Ratschläge wesentlich zu ihrem Gelingen beigetragen hat.

Ebenso möchte ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Dieter Gorenflo, den früherem Leiter des Lehrstuhls für Wärme- und Kältetechnik an der Universität Paderborn, danken. Von ihm habe ich die Kunst des Behältersiedens gelernt.

Frau Prof. Dr.-Ing. Andrea Luke danke ich für das Interesse an dieser Arbeit und für die freundliche Übernahme des Korreferates.

Weiterhin danke ich Elmar Baumhögger, Dr.-Ing. Marcus Wienecke, Dr. rer. nat. Gerhard Herres, Holger Gedanitz, Daniel Klegraf, Rüdiger Pflock, Alexander Reimann, Markus Richter, Johannes Gernert, Taner Bozkurt, Peter Möller, Volker Behrenbeck und Christian Gramann, die während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter eine große Unterstützung für mich waren.

Abschließend möchte ich mich auch bei allen Mitarbeitern die ich nicht namentlich erwähnt habe, bedanken, weil sie entweder direkt durch ihre Unterstützung und ihre Anregungen oder indirekt durch die freundliche Arbeitsatmosphäre zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Bochum, im Juni 2010 Irhad Buljina

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen I

1. Einleitung 1

2. Stand des Wissens zum Behältersieden niedrigviskoser Stoffgemische 4

3. Versuchsanlage für niedrigviskose Gemische und Versuchstechnik 12

3.1 Versuchsstoffkreislauf für niedrigviskose Gemische 12

3.2 Füllstandsregelung und Pumpensteuerung 19

3.3 Aufbau des Versuchsrohres 23

3.4 Messeinrichtung und Messunsicherheitsbetrachtung 30

3.5 Versuchsvorbereitung und -durchführung 33

3.6 Probeentnahmevorrichtung und Konzentrationsbestimmung 35

3.7 Einfluss der Umwälzeinrichtung auf den Wärmeübergang 37

4. Messergebnisse für reine Stoffe und Funktionsnachweis der Anlage 39

4.1 Wärmeübergangsmessungen dür n-Pentan und Vergleiche mit früheren Ergebnissen 39

4.2 Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich des Blasensiedens und Wärmeübergangsmessungen im Bereich der freien Konvektion für n-Hexadekan 45

5. Messergebnisse und Stoffdatenberechnung für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch 47

5.1 Wärmeübergangsmessungen für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch 47

5.2 Stoffdatenberechnung für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch 53

6. Vergleich der experimentellen und der berechneten Wärmeübergangskoeffizienten beim Gemischsieden 57

6.1 Ausgewählte Korrelationen 57

6.2 Vergleich der ausgewählten Korrelationen mit experimentellen Daten 61

7. Stand des Wissens zum Strömungs- und Behältersieden hochviskoser Stoffgemische 71

8. Versuchsanlage zum Behältersieden hochviskoser Stoffgemische 77

8.1 Vorversuche zur Konstruktion der Messzelle 77

8.2 Erprobung und Kalibrierung des Refraktometers 79

8.3 Konstruktion von Messzelle und Umwälzkomponenten 82

8.4 Füllstandsmessung und -regelung im Kondensatsammelbehälter 87

8.5 Konstruktion der Klimakammer 89

8.6 Aufbau des Versuchsrohres 92
8.7 Messeinrichtung und Messunsicherheitsbetrachtung 95
8.8 Messwerterfassung, Steuerung und Regelung des Prozesses 106
8.9 Versuchsvorbereitung und -durchführung 108
8.10 Funktionsnachweis der Versuchsanlage 109
9. Experimentelle Ergebnisse für das n-Pentan/Silikonöl- M100k-Gemisch und Einfluss des Silikonöls auf den Wärmeübergang 112
9.1 Übergang vom Behältersieden zum Strömungssieden 113
9.2 Definition einer Referenztemperatur 115
9.3 Messergebnisse für den Wärmeübergangskoeffizienten 117
9.4 Kritische Wärmestromdichten 121
10. Vergleich der Messergebnisse und Videoaufnahmen von niedrigviskosen und hochviskosen Gemischen 124
11. Zusammenfassung und Ausblick 131
12. Literaturverzeichnis 135
13. Anhang 140

Formelzeichen

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Fläche, beheizte Fläche	[m²]
B	Wärmeeindringzahl	[W $s^{0,5}$/m² K]
B_0	Anpassungsparameter nach Schlünder	[-]
C	Spezifische Wärmekapazität	[J/kg K]
c_i	Sensitivitätskoeffizient	
c_p	Wärmekapazität	[J / kg K]
d	Rohrdurchmesser	[mm]
Δh_v	Verdampfungsenthalpie	[kJ/kg]
Δp	Differenzdruck	[bar]
ΔT	Wandüberhitzung	[K]
ΔT_{bp}	Temperaturdifferenz zwischen Siede- und Taulinie	[K]
f	Frequenz	[Hz]
h	Höhe	[m]
I	Elektrischer Strom	[A]
K_e	Selbsterwärmungskoeffizient	[W / mK]
l	Länge	[mm]
m	Massenstrom	[kg / h]
M	Molmasse	[g / mol]
MB	Messbereich	
m_i	Masse der i-ten Komponente	[kg]
n	Brechzahl	
n(p*)	Steigung der Ausgleichsgerade	
P	Leistung	[W]
p	Druck	[bar]
p*	Normierter Druck, p_s/p_k	
P_a, P_q, P_p, P_t, P_z	Genormte Rauhigkeitsparameter	[µm]
p_{gas}	Gasdruck	[bar]
p_k	Kritischer Druck	[bar]
p_s	Siededruck	[bar]
q	Wärmestromdichte	[W / m²]

Symbol	Bedeutung	Einheit
Q	Wärmestrom	[W]
R	Elektrischer Widerstand	[Ω]
R_K	Rollradius, Kugelradius	[mm]
S	Abstand	[m]
T	Temperatur	[K]
t	Blasenwachstumszeit	[ms]
T_S	Siedetemperatur	[K]
T_{si}	Siedetemperatur der i-ten Komponente	[K]
U	Elektrische Spannung	[V]
V	Volumenstrom	[m³ / h]
x_i	Molenbruch	[%]

Griechische Symbole

α	Wärmeübergangskoeffizient	[W / m²K]
δ	Einzelmessfehler	
η	Dynamische Viskosität	[kg / ms]
λ	Wärmeleitfähigkeit	[W / mK]
ν	Freiheitsgrad	
ρ	Dichte	[kg / m³]
σ	Oberflächenspannung	[N / m]
β	Stoffübergangskoeffizient	[m/s]
ρ_l	Flüssigkeitsdichte	[kg/m³]
ρ_v	Dampfdichte	[kg/m³]
ξ_i	Massenanteil der i-ten Komponente	[-]

Indizes

0	Bezugszustand
‘‘	Gesättigte Dampfphase
a	Eingang
ber	Berechnet
bp	Boiling Point
Eff	Effektiv

Indizes

F	Flüssigkeit
fmsg	Feinmittelsandgestrahlt
HL	Heizleiter
i	i-te Komponente
id	Idealisiert betrachtet
k	Kritisch
KE	Kaltes Ende
max	Maximalwert
min	Minimalwert
mix	Gemischgröße
s	Siedezustand
sel	Selbsterwärmung
TE	Thermoelemente
turb	Turbulent
U	Umgebung

Abkürzungen

A-D/D-A	Analog-Digital/Digital-Analog
BS	Blasensieden
FK	Freie Konvektion
GUM	Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement
PT100	Platin-Widerstandsthermometer (R_0 = 100 Ω)
TE	Thermoelemente

Kennzahlen

$$Nu = \frac{\alpha \cdot l}{\lambda}$$ Nusseltzahl

$$Gr = \frac{g \cdot \beta \cdot \Delta T \cdot \rho^2 \cdot l^3}{\eta^2}$$ Grashofzahl

$$Pr = \frac{\eta \cdot c_p}{\lambda}$$ Prandtlzahl

1. Einleitung

Seit Jahrzehnten befassen sich weltweit verschiedene Forschungsinstitutionen mit experimentellen Untersuchungen der Wärmeübertragung im Bereich des Behälter- und Strömungssiedens von reinen Stoffen und Stoffgemischen. Ziel dieser experimentellen Erkenntnisse ist, die Entwicklung von Berechnungsansätzen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangskoeffizienten geeignet sind. Dies ermöglicht eine energetisch vorteilhaftere und ökonomischere Auslegung technischer Anlagen und Apparate, die überwiegend in der Klima-, Energie-, Verfahrens- und Kältetechnik verwendet werden.

In den letzten Jahren hat die Vielzahl der bisherigen experimentellen Untersuchungen eine relativ zuverlässige Vorausberechnung des Wärmeübergangskoeffizienten für reine Stoffe durch empirische Ansätze ermöglicht. Bis heute sind nur wenige Einflussfaktoren, wie z. B. die thermophysikalischen Eigenschaften des Fluides, Betriebsparameter wie die Wärmestromdichte und der Siededruck sowie Heizflächeneigenschaften wie Rauheit und Werkstoff, berücksichtigt /1/. Die Arbeit von Luke /2/ vermittelt einen Überblick über den Stand der Forschung und bestehende Modelle.

Bei den binären Stoffgemischen existieren zwei verschiedene Forschungsgebiete, die sich mit Kältemitteln und Kältemittel/Öl-Gemischen befassen. Eine detaillierte Übersicht über den Stand experimenteller Arbeiten und empirischer Modelle, die sich auf Kältemittelgemische beziehen, ist in den Arbeiten von Köster /3/ und Stier /4/ zu finden. Diese beschränken sich jedoch auf Stoffgemische, deren Komponenten eine Normalsiedetemperaturdifferenz von maximal ΔT_{SN} = 88 K aufweisen. Bei den bisher untersuchten binären Gemischen verdampfen beide Komponenten in erheblichem Umfang, auch wenn sich die Zusammensetzungen von Flüssigkeit und Dampf unterscheiden. Daneben existiert aber auch eine andere Klasse von Siedeprozessen, bei denen eine der Komponenten praktisch nicht verdampft. Ein bekanntes und in kältetechnischen Anwendungen relevantes Beispiel sind Kältemittel/Öl-Gemische. Um die Auswirkung der Vermischung von Kältemitteln mit Ölen aus einem Verdichter zu untersuchen, sind eine Reihe von Experimenten bezüglich des vorliegenden Prozesses des Blasensiedens durchgeführt worden. Eine Übersicht über entsprechende experimentelle Arbeiten und darauf basierende Korrelationen zur Berechnung des Wärmeübergangs

geben Mohrlok et al. /5/. Allerdings sind diese Arbeiten auf Kältemittel/Öl-Gemische mit einem maximalen Ölanteil von 10 % begrenzt.

Im Rahmen eines Projektes in Zusammenarbeit mit der Bayer Technology Services GmbH sind anwendungsnahe Versuche zum Strömungssieden hochviskoser Gemische durchgeführt worden /6/-/9/. Zum besseren Verständnis werden aber Erkenntnisse bezüglich des Behältersiedens benötigt. Die frei zugängliche wissenschaftliche Literatur übermittelt jedoch keine experimentellen Daten für extrem weitsiedende Kältemittel/Öl-Gemische, die zudem für jegliche Zusammensetzungsverhältnisse gültig sind.

Zu diesem Zweck wird eine Anlage aufgebaut, die, beruhend auf der Normapparatur von Goetz /10/, einige Modifikationen aufweist. Unter anderem ist der Naturumlauf durch einen regelbaren Zwangsumlauf mit Vorvermischung von Kondensat und aus dem Pool abgesaugter Flüssigkeit ersetzt worden. Mit dieser Apparatur sollen in einem weiten Parameterbereich Wärmeübergang und Blasenbildung von n-Pentan / n-Hexadekan-Gemischen systematisch untersucht werden. Die experimentell ermittelten α-Werte für das extrem weitsiedende Gemisch (ΔT_{SN} = 250,1 K) werden mit existierenden Korrelationen verglichen. Hinsichtlich der sich einstellenden Phasengleichgewichte ähnelt dieses Gemisch den n-Pentan / Silikonöl-Gemischen, wo sich in der Gasphase nur geringe Spuren der schwersiedenden Komponente (Silikonöl) wiederfinden.

Die Viskosität von n-Hexadekan ($\approx 3 \cdot 10^{-3}$ Pa s) ist aber um mehrere Größenordnungen kleiner als die der verwendeten Silikonöle ($\approx$ 10 –1000 Pa s). Aufgrund dieser sehr hohen Viskositäten sollte eine neue Versuchsanlage entwickelt und aufgebaut werden, die es ermöglicht, den Wärmeübergang beim Sieden hochviskoser Gemische nicht nur messtechnisch zu untersuchen, sondern auch die Verdampfungsprozesse visuell zu dokumentieren.

Untersucht werden sollen der Wärmeübergang und die Blasenbildung für Gemische mit hohem Anteil einer hochviskosen, nicht verdampfbaren Komponente. Als Modellsysteme für die vorgesehene Arbeit sind n-Pentan/Silikonöl-Gemische mit unterschiedlichen Viskositäten ausgewählt worden. Aufgrund der geringen Geschwindigkeit der Vorgänge beim Sieden hochviskoser Gemische ergeben sich neue Möglichkeiten für die Beobachtung von Blasenbildung, Blasenwachstum und Aufsteigen der Blasen. Die Bestimmung des Wärmeübergangs in siedenden hochviskosen Gemischen unter Berücksichtigung

von Einflüssen wie Druck, Anströmeffekt, Wärme- und Stoffübergang in der aufsteigenden Blase, Heizflächenbeschaffenheit, Konzentration der leichtflüchtigen Komponenten und Viskosität des Silikonöls steht im Mittelpunkt der Arbeit.
Bei beiden Versuchsapparatur (Niedrigviskos- und Hochviskosapparatur) werden zur Validierung Messungen mit reinem n-Pentan durchgeführt und anschließend mit den vorhandenen Literaturdaten verglichen /1/, /11/, /12/.
Ziele dieser Grundlagenforschung sind die Behebung der Wissenslücken auf diesem Gebiet und ein fundierter Beitrag zum besseren Verständnis des Strömungssiedens hochviskoser Gemische. Im Rahmen von Arbeiten zur Entgasung von Polymerlösungen in Rohrbündelverdampfern wurde in den letzten Jahren deutlich, dass für das Verständnis von Siedeprozessen in hochviskosen Gemischen bzw. für die qualitative und quantitative Beschreibung der dabei relevanten Effekte und Einflussfaktoren die notwendigen Grundlagen fehlen /6/. Im Rahmen dieser Dissertation sollen diese Grundlagen geschaffen werden.

2. Stand des Wissens zum Behältersieden niedrigviskoser Stoffgemische

In der Literatur existieren zahlreiche experimentelle Untersuchungen und Korrelationen zum Behältersieden niedrigviskoser Stoffgemische, siehe z. B. /3/, /4/, /13/-/18/. In der Arbeit von Stier /4/, die zusammengefasste Messergebnissen aus der Literatur und eigene Daten enthält, wird deutlich, dass viele Aussagen nicht generalisiert werden können, dass also etwa ein steigender Siededruck nicht unbedingt zur Verbesserung des Wärmeübergangskoeffizienten führt, wie es der Fall bei den reinen Stoffen ist /1/. Als Beispiel werden Messergebnisse aus der Literatur herangezogen, um dieses Verhalten zu erläutern. Alle bisherigen Wärmeübergangsmessungen sind mit Anlagen durchgeführt worden, die keine Zwangsvermischung noch Konzentrationsmessung aufweisen. Der Aufbau dieser Normsiedeapparatur ist in Bild 2.1 schematisch dargestellt. Die Folge ist eine Konzentrationsverschiebung im Pool insbesondere bei weitsiedenden Stoffgemischen.

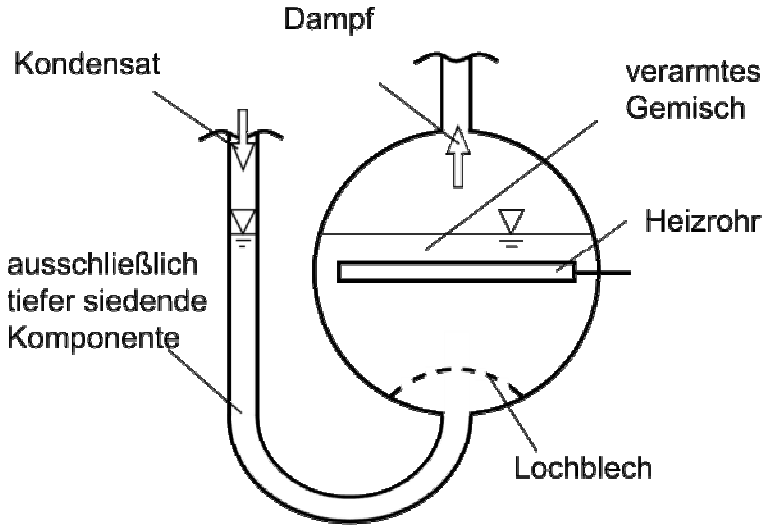


Bild 2.1: Schematische Darstellung des Verdampfers der Normsiedeapparatur.

In Bild 2.2 sind experimentelle Daten (aus /4/) für reines Ethan (Diagramm oben links) abgebildet, welches das bekannte Verhalten für reine Stoffe aufweist. Das engsiedende Ethen/Ethan-Gemisch (ΔT_{SN} = 15,1 K) (unten links) verhält sich für den gesamten Konzentrationsbereich wie reines Ethan, bei dem bei steigendem Druck auch der Wärmeübergangskoeffizient ansteigt. Beim Methan/Ethan-

Gemisch (ΔT_{SN} = 58,0 K und z_1 = 0,85, rechts) führt der Druckanstieg zu gegenteiligen Effekten. Aus den Diagrammen wird deutlich, dass in diesem Fall der Druckanstieg zu einer erheblichen Verschlechterung des Wärmeübergangskoeffizienten führt. Zur Verdeutlichung werden die Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Zusammensetzung bei verschiedenen normierten Drücken aufgetragen.

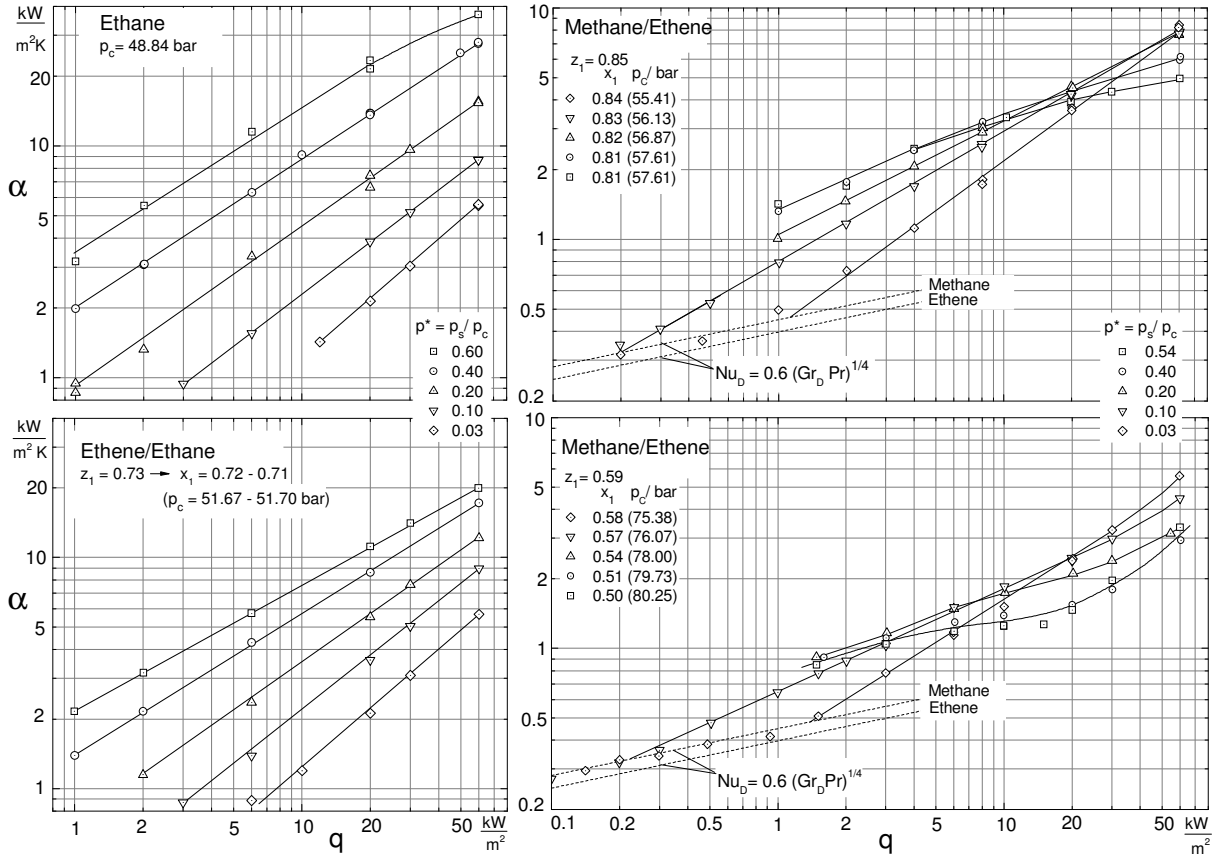


Bild 2.2: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit der Wärmestromdichte q bei verschiedenen normierten Drücken p*, für reines Ethan (oben links) und für Gemische: engsiedendes (links unten) und weitsiedendes (rechts), aus /19/.

Bild 2.3 zeigt die Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung x_1 für das Methan/Ethan-Gemisch bei verschiedenen normierten Drücken und einer konstanten Wärmestromdichte q = 60 kW/m^2. Es wird deutlich, dass schon ein geringer Anteil einer der beiden Komponenten zu einer erheblichen Verschlechterung des Wärmeübergangs führt.

Der experimentelle Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{ex.m}$ für das Gemisch ist immer kleiner als der ideale Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{id.m}$ der mit folgender Gleichung

$$\alpha_{id,m} = x_1 \cdot \alpha_1 + x_2 \cdot \alpha_2 = x_1 \cdot \alpha_1 + (1 - x_1) \cdot \alpha_2 \qquad (1.1),$$

berechnet wird und als gestrichelte Linie im Bild 2.3 dargestellt ist. Man vergleiche die gestrichelte Linie mit der Kurve bei p* = 0,54, die als volle Linie dargestellt ist (Bild 2.3). Gegenüber idealen dem Ansatz ($\alpha_{id.m}$) ist der gemessene Wärmeübergangs-koeffizient eine ganze Größenordnung kleiner.

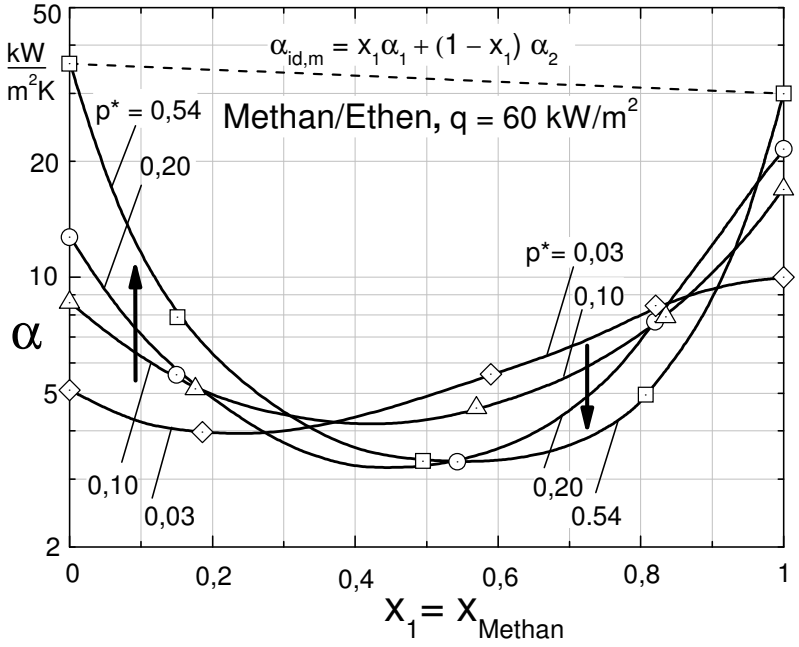


Bild 2.3: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung x_1 für das Methan/Ethan-Gemisch bei verschiedenen normierten Drücken und einer konstanten Wärmestromdichte q, aus /4/.

Bei sehr kleinen und sehr großen Methananteilen verhält sich das Gemisch wie der reine Stoff, so dass bei einem Anstieg des normierten Druckes p* auch $\alpha_{ex,m}$ ansteigt (siehe der nach oben weisende Pfeil in Bild 2.3). Bei einem Methananteil zwischen 30 % und 90 % kommt es (bei steigendem p*) zu einer deutlichen Verschlechterung des Wärmeübergangs $\alpha_{ex,m}$ (siehe der nach unten weisende Pfeil in Bild 2.3). Die experimentellen Messungen wurden an einem horizontal geschmirgelten Kupferrohr mit einem Durchmesser von d = 8 mm durchgeführt /4/. In Bild 2.4 werden weitere Messergebnisse von Wassilew /15/ und Kretzschmar /18/ gezeigt, die für ein kryogenes Gemisch und ein Kältemittelgemisch das

gleiche Verhalten wie das Methan/Ethen-Gemisch zeigen. Die experimentellen Messungen wurden an einer geschmirgelten horizontalen Kupferplatte mit einem Durchmesser von d = 30 mm durchgeführt.

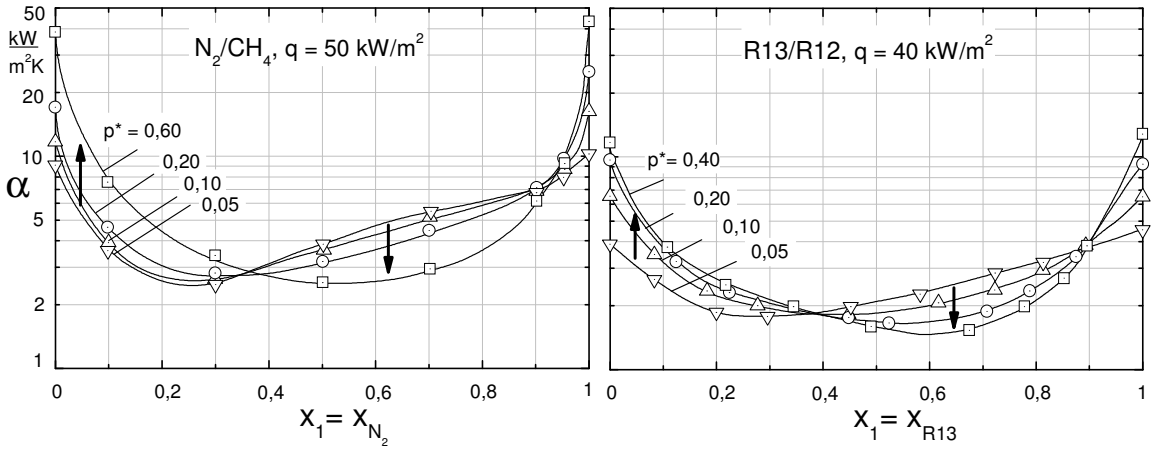


Bild 2.4: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung x_1 bei verschiedenen normierten Drücken und einer konstanten Wärmestromdichte q für das Kältemittelgemisch R13/R12 (ΔT_{SN} = 51,6 K) von Wassilew /15/ (links) und N_2/CH_4 (ΔT_{SN} = 34,1 K) von Kretzschmar /18/.

Bild 2.5 zeigt die Messergebnisse für das Kältemittelgemisch R13 / R22 (ΔT_{SN} = 40,6 K) und SF_6 / R12 (ΔT_{SN} = 34,0 K), die das gleiche Verhalten wie das Ethen / Ethan Gemisch (ΔT_{SN} = 15,1 K) aufweisen, obwohl sich die Normalsiedetemperaturen um einen Faktor zwei unterscheiden. Die Verschlechterung des Wärmeübergangs mit steigendem Druck ist hier nicht so stark ausgeprägt und nimmt mit geringer werdendem ΔT_{SN} immer weiter ab. Im linken Diagramm wird bei x_1= 30% bis 60% deutlich, dass der Wärmeübergangskoeffizient kaum druckabhängig ist. Im rechten Diagramm ist der normierte Wärmeübergangskoeffizient in Abhängigkeit von dem normierten Druck bei einer konstanten Wärmestromdichte von 4 kW/m^2 bei verschiedenen Zusammensetzungen x_1 aufgetragen. Dieses Diagramm verdeutlicht, dass die Verschlechterung des Wärmeübergangs mit steigendem Siededruck bis in unmittelbare Umgebung des kritischen Zustandes stark zunimmt. Insbesondere bei den Gemischen mittlerer Zusammensetzung (z. B. bei x_1 = 0,58 mit p* = 0,56 bis 0,9) bleibt der Wärmeübergangskoeffizient annäherend konstant. Erst bei p* =

0,95 - 0,97 kommt es zu einem leichten Anstieg. Hier wird nochmals deutlich, dass die relative Zunahme des Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich des normierten Druckes $p^* = 0{,}56$ bis 0,9 für reine Stoffe einen Faktor bis zu 5 ausmacht, bei Gemischen wesentlich geringer und bei $x_1 = 0{,}58$ sogar kleiner als 10 % ist /14/.

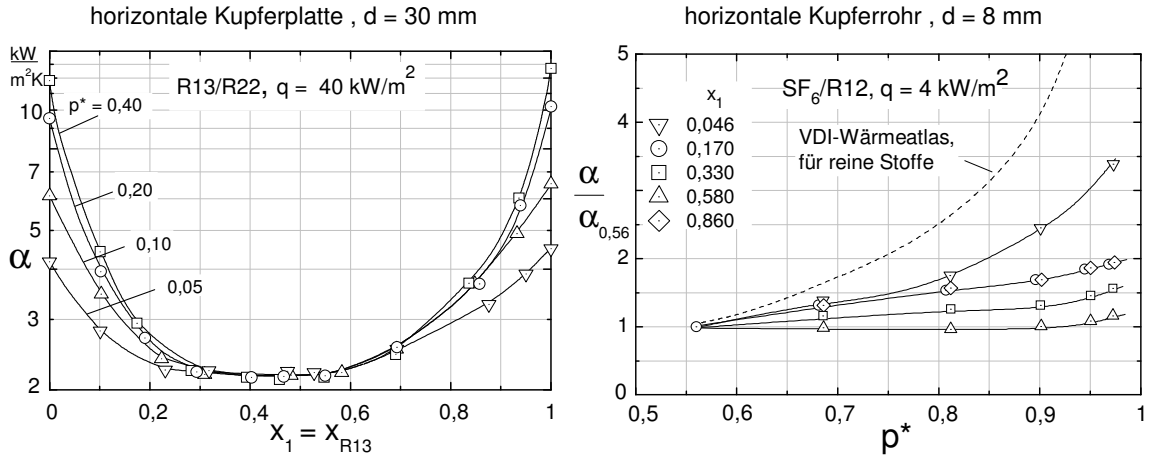


Bild 2.5: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung x_1 bei verschiedenen normierten Drücken und einer konstanten Wärmestromdichte q für das Kältemittelgemisch R13/R22 (ΔT_{SN} = 40,6 K) von Wassilew /15/ (links) und SF_6/R12 (ΔT_{SN} = 34,0 K) von Schmadl /14/.

Die mit steigendem Druck und Wärmestromdichte zunehmende Verschlechterung des Wärmeübergangskoeffizienten beim Gemischsieden ist qualitativ damit zu erklären, dass in beiden Fällen der Nachschub der leichtersiedenden Komponenten aus dem Flüssigkeitspool an die Heizfläche zunehmend behindert wird. Verantwortlich dafür sind einerseits der mit steigendem Druck abnehmende Blasendurchmesser und somit der geringere Auftrieb der Blase, was eine geringere Durchwirbelung der flüssigen Grenzschicht beim Ablösen und Aufsteigen der Blase zur Folge hat. Andererseits behindert die zunehmende Blasendichte das Nachströmen der Siedeflüssigkeit zur Heizfläche /13, 14/.

Die Verschlechterung des Wärmeübergangs wird mit zunehmender Konzentrationsdifferenz Δxy zwischen Dampf und Flüssigkeit größer. Dies bedeutet auch, dass die Normalsiedepunktabstände ΔT_{SN} größer werden /3/, /4/, /13/, /14/, /19/. Die meisten Korrelationen die den Wärmeübergangskoeffizienten von Gemischen vorausberechnen sollen basieren auf den Phasengleich-

gewichtsdaten (Δxy) der Gemische. Wie bereits erwähnt, sind in der Arbeit von Köster /3/ die meisten Korrelationen aufgeführt, die von verschiedenen Autoren angewandt worden sind /3/, /4/, /13/, /14/, /19/-/24/. Aus der Übersicht wird deutlich, dass fast alle Korrelationen den Wärmeübergangskoeffizienten α_{mix} des Gemisches im Verhältnis zu einem idealen Wärmeübergangskoeffizienten $\alpha_{id,m}$ aus den Daten für reine Komponenten modellieren. Die in letzter Zeit zumeist angewandten Korrelationen sind von Jungnickel et al. /24/, Schlünder /21/ und Thome et al. /22/, /23/ eingeführt worden. Allerdings basieren sowohl diese als auch andere Korrelationen auf experimentellen Messwerten und enthalten empirische Anpassungsparameter, physikalische Stoffeigenschaften und Phasengleichgewichtsdaten (Δxy bzw ΔT_{bp}) der Gemische.

Bezüglich der Abhängigkeit der Anpassungsparameter vom normierten Druck p* und der Differenz der Normalsiedetemperaturen ΔT_{SN} für die drei vorgenannten Korrelationen beim Ansatz von Schlünder /21/ hat Stier 2003 /4/ diesen Ansatz so modifiziert, dass die Anpassungsparameter in Abhängigkeit dieser beiden Größen bestimmt werden können. Allerdings ist die Methode zur Bestimmung der Anpassungsparameter nur auf experimentelle Messergebnisse der Gemische die eine maximale Temperaturdifferenz von 88 K haben entwickelt worden. Die hier genannten Korrelationen sind detailliert im Kapitel 6 beschrieben.

Bild 2.6 zeigt exemplarisch den Vergleich der Korrelationen anhand der Messdaten für Stickstoff / Methan (ΔT_{SN} = 34,1 K). Es wird deutlich, dass die modifizierte Schlünder-Korrelation von Stier /4/ den anderen von Jungnickel et al. /24/ und Thome /22/ überlegen ist und als einzige die experimentellen Daten bei niedrigeren Wärmestromdichten qualitativ gut wiedergibt.

Bild 2.7 zeigt Daten für das Stoffgemisch Ethan / n-Butan (ΔT_{SN} = 88 K). Im Vergleich zu Stickstoff / Methan-Gemisch ist die Normalsiedetemperaturen fast um Faktor zwei höher. Daher geben dass die oben genannten Korrelationen den Wärmeübergangskoeffizienten wesentlich schlechter wieder, insbesondere bei den höheren normierten Drücken (p* = 0,40) und der Wärmestromdichte von 20 kW/m^2, bei der sogar der Verlauf quantitativ nicht wieder gegeben werden kann.

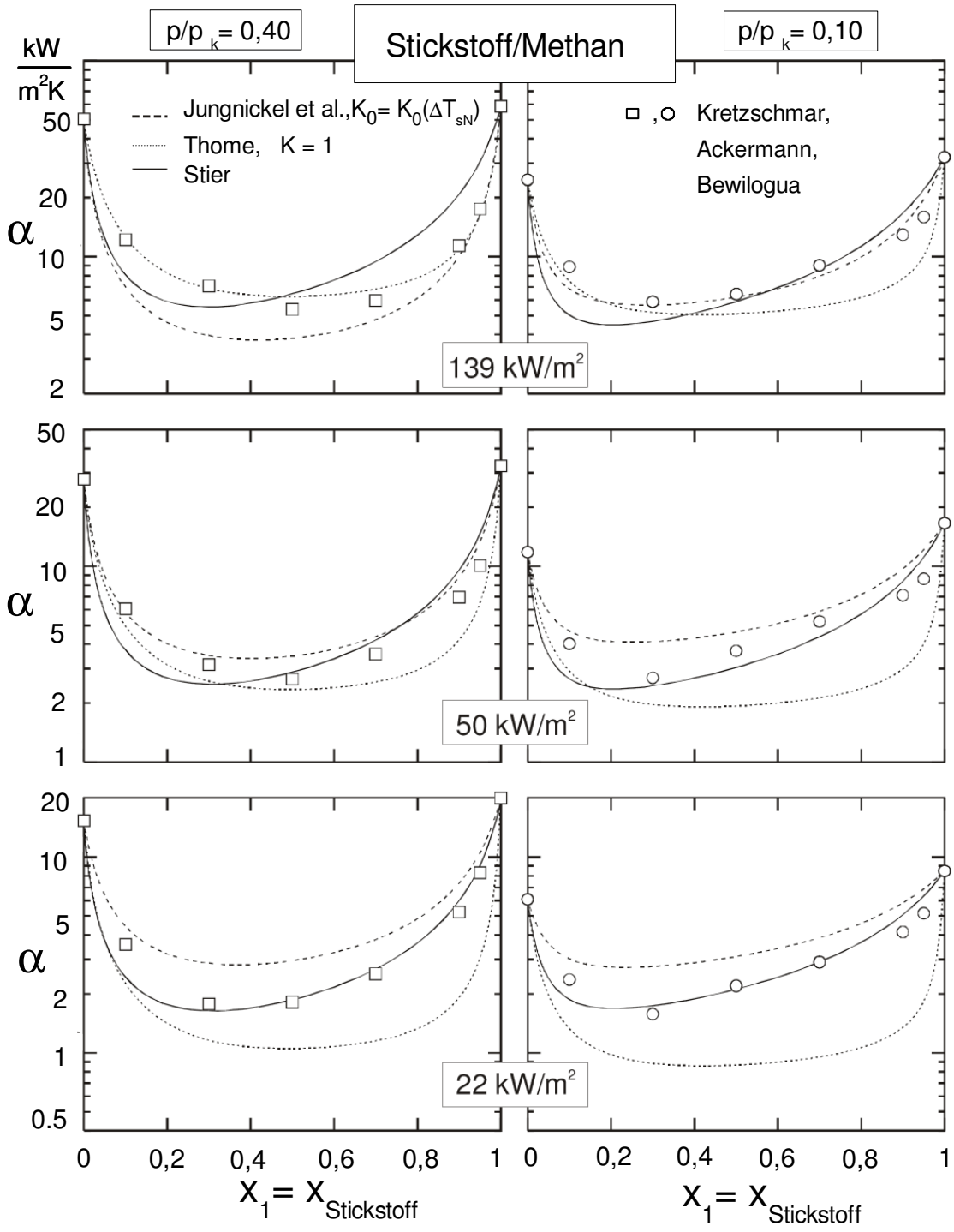


Bild 2.6: Vergleich der α-Werte für das Stickstoff / Methan mit den Korrelationen aus der Literatur /4/, /22/, /24/ (aus /4/).

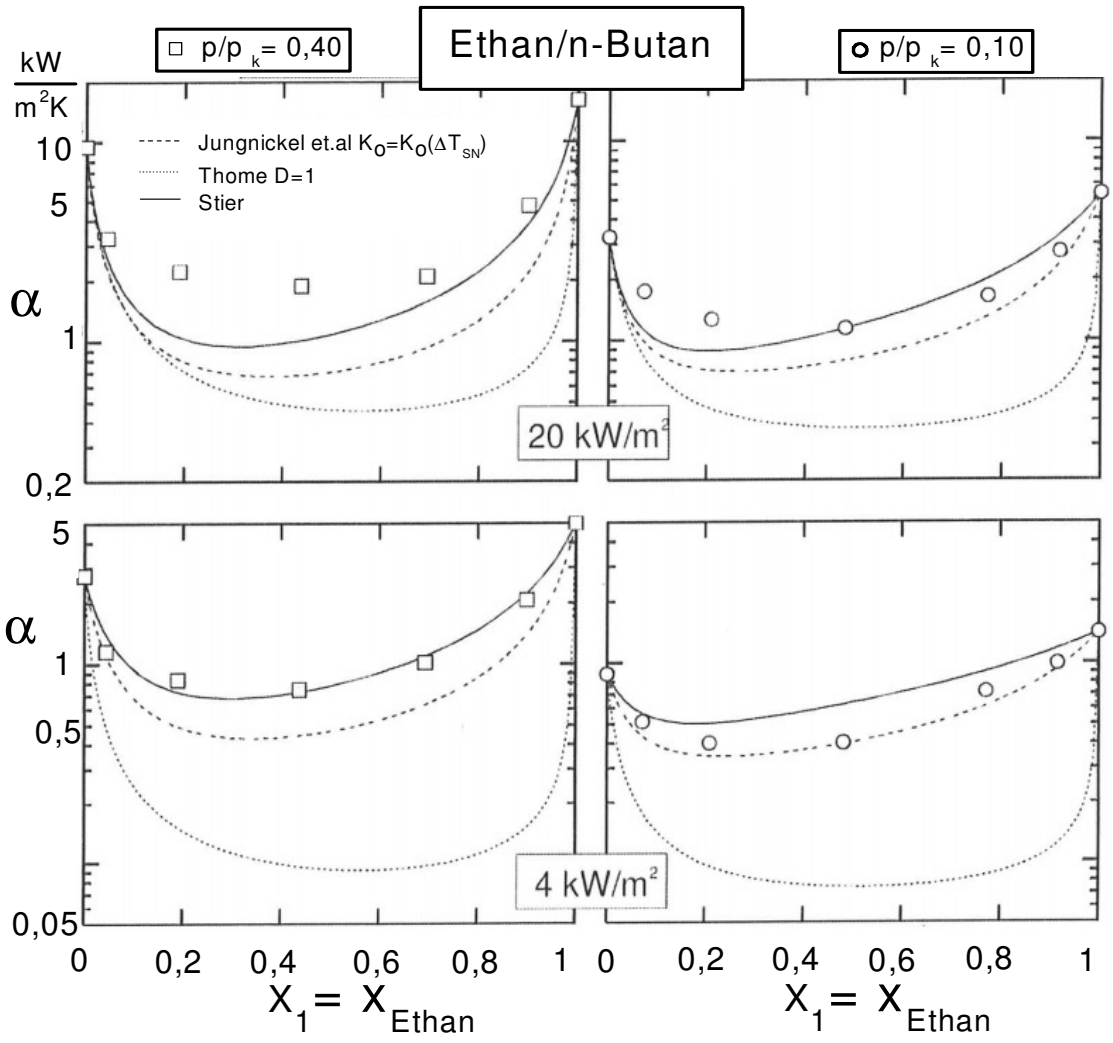


Bild 2.7: Vergleich der α-Werte für das Ethan / n-Butan mit den Korrelationen aus der Literatur /4/, /22/, /24/ (aus /4/).

3. Versuchsanlage für niedrigviskose Gemische und Versuchstechnik

Im Rahmen dieser Arbeit soll der Wärmeübergang von weitsiedenden Gemischen untersucht werden. Der Wärmeübergang von Gemischen ist in der Vergangenheit mit einer Normsiedeapparatur gemessen worden, die von Götz 1980 /10/ an der Universität Karlsruhe entwickelt und von Fath 1986 /25/ an der Universität Paderborn weiterentwickelt worden ist. Mit dieser Art von Anlagen sind zum einen reine Stoffe systematisch untersuchen worden und zum anderen überwiegend Kältemittel-Gemische und Kältemittel / Öl-Gemische. Bei den Kältemittel-Gemischen handelt es sich in der Regel um Stoffpaarungen, deren Normalsiede-punkte vergleichsweise eng beieinander liegen (max. 88 K) /16/. Bei den Kältemittel/Öl-Gemischen beträgt der Massenanteil des Öls maximal 10% /5/. Um den gesamten Zusammensetzungsbereich der weitsiedenden Gemische experimentell untersuchen zu können, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Normapparatur so modifiziert, dass neben reinen Stoffen auch weitsiedende Stoffgemische untersucht werden können, ohne dass es zu einer Entmischung im Verdampfer und somit zur Verfälschung der Messergebnisse kommt. Die Modifikationen und das Funktionsprinzip der neuen Versuchsanlage werden im folgenden Abschnitt beschrieben.

3.1 Versuchsstoffkreislauf für niedrigviskose Gemische

Die Konstruktion der Anlage geht aus Bild 3.1 hervor. Die Anlage besteht im Wesentlichen aus dem Verdampfer und dem Kondensator, die per Fall- und Steigrohr direkt miteinander verbunden sind. In diesem Fall handelt es sich um den gleichen Versuchsstoffkreislauf wie bei der Normsiedeanlage. Um die weit-siedenden Gemische experimentell untersuchen zu können, hat man den Versuchsstoffkreislauf um einige Komponenten erweitert, sodass er nicht nur auf dem Schwerkraft-Umlauf basiert, sondern auch die Möglichkeit besteht, diesen während der Messung kontinuierlich zu vermischen, um so eine homogene Zusammensetzung des Gemisches im Verdampfer zu gewährleisten. Die Anlage ist für einen Temperaturbereich von - 40°C bis 150°C und für Drücke bis zu 54 bar ausgelegt.

Der Versuchsstoff verdampft an der Oberfläche des Versuchsrohres, das elektrisch beheizt wird. Der entstehende Dampf, der überwiegend aus der leichter siedenden Komponente besteht, wird über das Steigrohr vom Kondensator angesaugt. Dort kondensiert der Dampf und gelangt über das Fallrohr leicht unterkühlt in den Verdampfer zurück. Diese Art des Kreislaufs ist für reine Stoffe und engsiedende Gemische geeignet. Bei weitsiedenden Gemischen würde praktisch nur die leichter siedende Komponente verdampfen und sich über das Fallrohr in dem Verdampfer unterhalb des Lochblechs aufstauen (ca. 25 % des Füllvolumens, siehe Bild 2.1). Somit würden sich oberhalb des Versuchsrohres die schwersiedenden Komponenten ansammeln und einen großen Konzentrations-gradienten im Verdampfer verursachen. Bei Behältertemperatur würde es zum spontanen Sieden des Kondensats unterhalb des Lochblechs kommen, und das Versuchsrohr würde mit Blasen angeströmt, wodurch die Messungen verfälscht würden. Aus diesem Grund ist die Anlage mit einer Umwälzungsvorrichtung erweitert worden, die eine homogene Vermischung im Verdampfer ermöglicht und spontanes Sieden des Kondensats vermeidet.

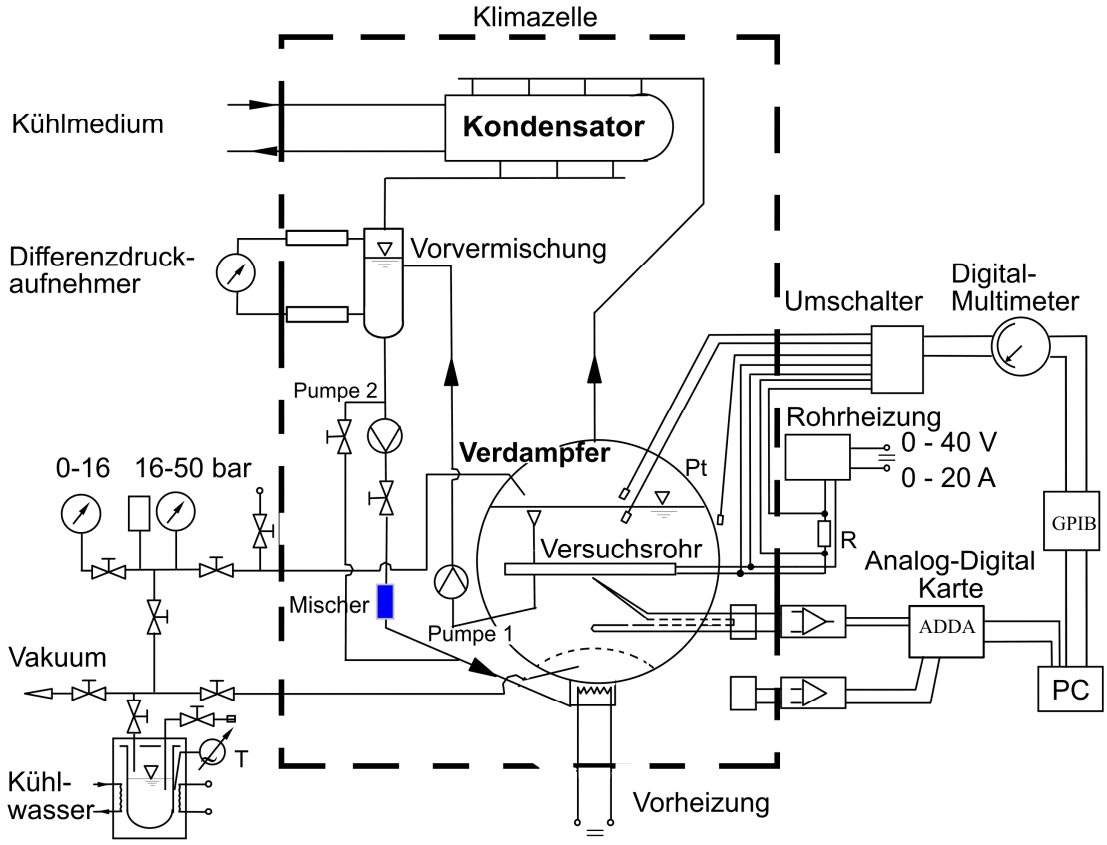


Bild 3.1: Schematische Darstellung der Siedeanlage für niedrigviskose Gemische.

Zu dem Stoffkreislauf der Normsiedeapparatur kann in der modifizierten Version durch Betätigung zweier Kugelhähne eine Umwälzvorrichtung dazu geschaltet werden. Diese besteht aus zwei Pumpen, einem statischen Mischer und einem Mischbehälter. Die erste Pumpe (1) dient dazu, abgereichertes Stoffgemisch mit einer erhöhten Konzentration der schwersiedenden Komponente, die sich oberhalb des Versuchsrohres ansammelt, aus dem Verdampfer in den Mischbehälter zu fördern, wo es mit dem Kondensat aus dem Kondensator vorvermischt wird. Das Kondensat besteht hauptsächlich aus der leichter siedenden Komponente, die im Vergleich zur Siedetemperatur im Verdampfer wesentlich kälter sein kann. Die zweite Pumpe (2) fördert das Gemisch aus dem Mischbehälter durch ein Edelstahlrohr, in dem sich ein statischer Mischer befindet, in den Verdampfer zurück und schließt somit den Kreislauf (Bild 3.1).

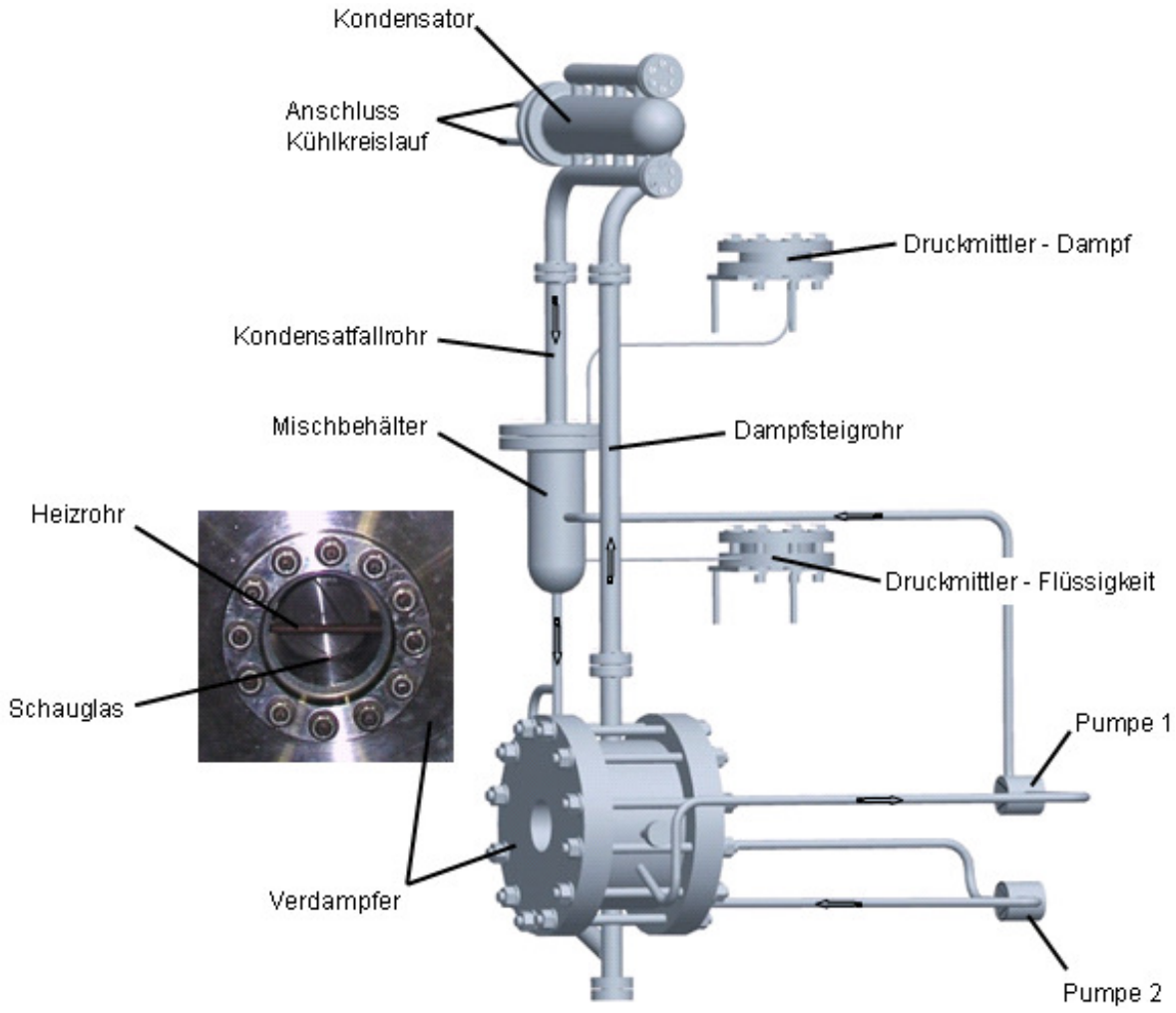


Bild 3.2: 3D-Darstellung der modifizierten Normsiedeanlage.

Die gesamte Messzelle (Versuchsstoffkreislauf), die in Bild 3.2 dargestellt ist, befindet sich in einer **Klimazelle** der Firma Weiss Technik. Diese ermöglicht es, die Zellentemperatur auf die jeweilige Siedetemperatur einzustellen und Umgebungseinflüsse weitestgehend auszuschließen. Die Klimazelle wird mit Luft thermostatisiert. Die Temperierung wird durch eine geregelte elektrische Heizung für Temperaturen oberhalb der Umgebungstemperatur vorgenommen; für Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur wird ein zusätzlicher Thermostat eingesetzt, der mit einem Wärmeübertrager, der sich in der Klimakammer befindet, geschaltet ist.

Der Verdampfer hat die gleichen Abmessungen wie bei der Normsiedeanlage und ist mit einem zusätzlichen 16-mm-Edelstahlrohr mit trichterförmigem Aufsatz versehen (Bild 3.3). Damit wird oberhalb des Versuchsrohres das angereichertes Gemisch an der schwersiedenden Komponente abgesaugt (mit Pumpe 1) und dem Mischbehälter zugeführt.

Bild 3.3: Foto des geöffneten Verdampfers mit Absaugrohr und eingebautem Versuchsrohr.

Die Pumpen (1 und 2, siehe Bild 3.2), die für kontinuierliche Vermischung sorgen, sind als magnetgekoppelte Zahnradpumpen ausgeführt. Die Pumpenköpfe befinden sich in einem hermetisch abgeschlossenen Gehäuse und können in einem Temperaturbereich von – 46°C bis 177°C bei Drücken bis zu 69 bar eingesetzt werden. Um den Einfluss der Wärmeübertragung aus der Umgebung zu verhindern, sind die Pumpenköpfe in die Klimazelle eingelassen und werden mit dem Antriebsmagneten, der auf der Antriebswelle sitzt, über den Elektromotor, der außerhalb der Klimazelle verbaut ist, angetrieben. Die Drehzahl des Elektromotors kann stufenlos mit einem Frequenzumrichter auf bis zu 3450 min^{-1} geregelt werden. Die Frequenzumrichter sind mit einer Auflösung von 1% des maximalen Förderstroms von 5278 ml/min ausgestattet. Bild 3.4 zeigt die Kennlinie der Pumpen laut Herstellerangeben. Diesen kann entnommen werden, dass der Förderstrom bei konstantem Differenzdruck linear von der Motordrehzahl abhängt. Die Pumpe 2 läuft während der Messungen konstant im unteren Bereich ($n < 1500\ min^{-1}$), und Pumpe 1 wird mit Hilfe des Differenzdruckaufnehmers geregelt. Der Einfluss der Strömung auf den Wärmeübergang und die Auswahl der Regelparameter wird in Abschnitt 3.7 diskutiert.

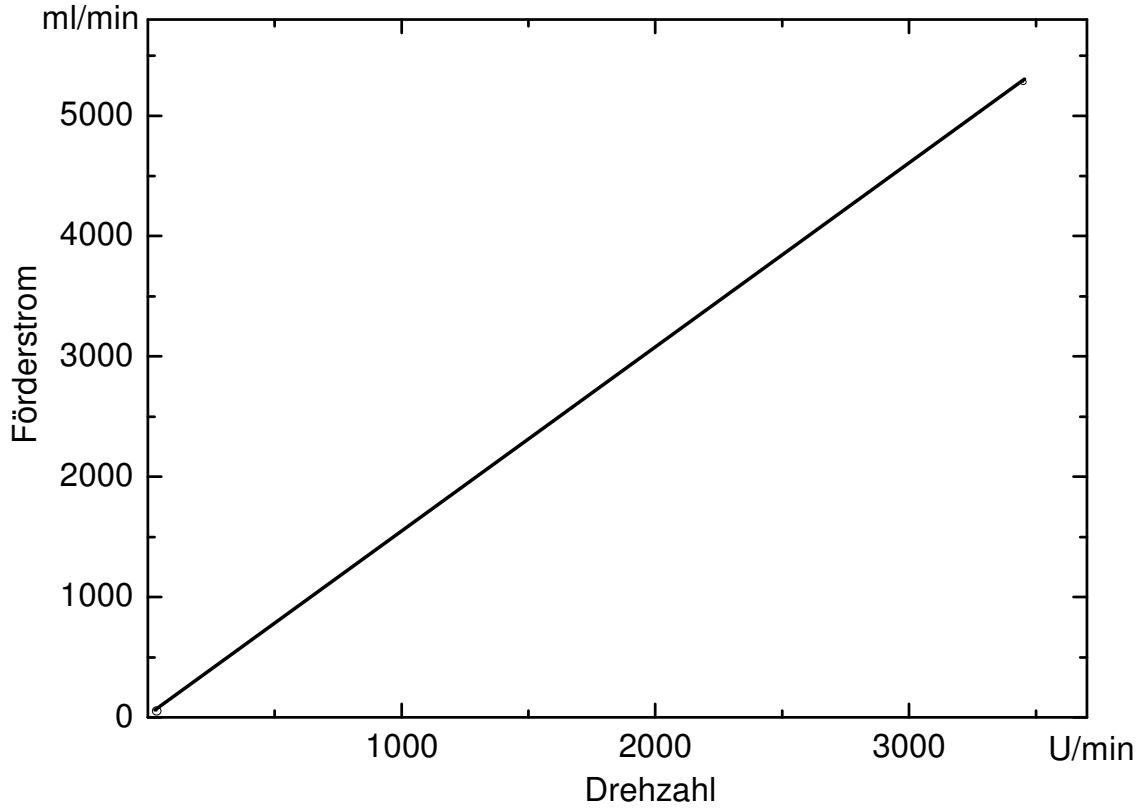


Bild 3.4: Pumpenkennlinie nach Herstellerangaben /26/.

Der Mischbehälter (Bild 3.5) besteht aus einem geschweißten Stahlrohr mit einem Innendurchmesser von 98 mm, das auf der oberen Seite mit einem Deckel und an der unteren Seite mit einem Klöpperboden verschlossen ist. Am Deckel ist ein Rohr mit einem Innendurchmesser von d_i = 30 mm angeschweißt, das über einen Flansch mit dem Kondensator verbunden ist. Neben dem Zulaufrohr für das Kondensat ist der Mischbehälter an der Seite mit einem weiteren Zulaufrohr versehen worden, wodurch das verarmte Gemisch aus dem Verdampfer gepumpt wird.

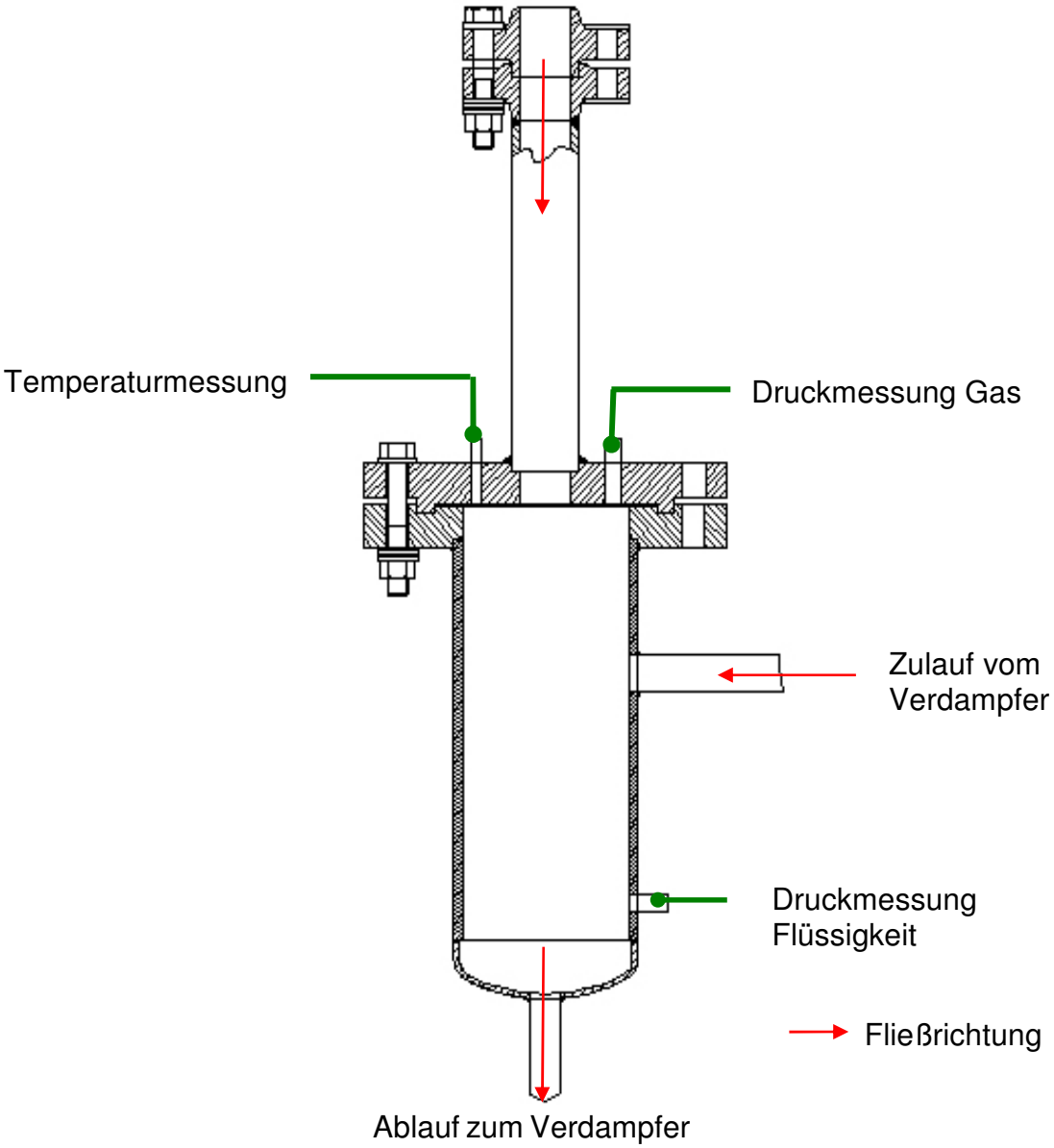


Bild. 3.5: Schnittzeichnung des Mischbehälters.

Im Mischbehälter werden die zwei Ströme vorvermischt und über das Ablaufrohr mit einem Innendurchmesser von d_i = 16 mm, das an den Boden angeschweißt ist,

wieder in den Verdampfer zurückgepumpt. Während der Messung wird die Temperatur im Mischbehälter überwacht und notfalls bei stark unterkühltem Kondensat über eine elektrische Heizung auf die Siedetemperatur gebracht. Bei der elektrischen Heizung handelt es sich um einen Heizleiter, der an der Außenwand des Mischbehälters aufgewickelt ist. Während der Durchführung von Experimenten wird der Füllstand im Mischbehälter konstant gehalten; die Füllstandsregelung erfolgt über einen Differenzdruckaufnehmer (siehe Abschnitt 3.2).

In Bild 3.6 ist der **statische Mischer** der Firma Fluitec Georg AG (Typ: CSE-X) dargestellt der aus einem Gerüst gegeneinander geneigter Stege besteht. Jeweils um 90° verdreht angeordnet, ergeben mehrere Elemente den Mischer. Dieser Mischer besteht aus vier Elementen. Seine Abmessungen betragen (Länge x Durchmesser) 93 mm x 29,5 mm, und er ist in ein Edelstahlrohr zwischen der Pumpe 2 und dem Verdampfer eingebaut. Dieser Typ von Mischern erzeugt auch bei geringen Längen und laminaren Strömungen ein homogenes Gemisch, und zugleich wird die Temperatur homogenisiert.

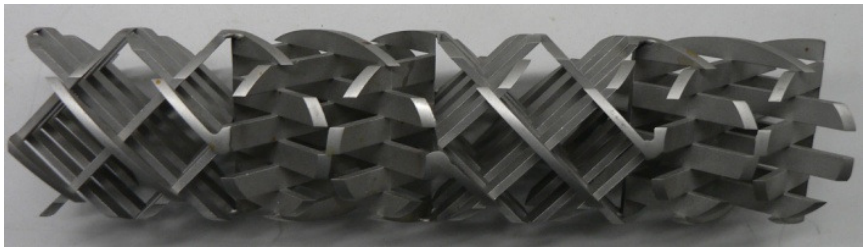


Bild 3.6: Statischer Mischer der Firma Fluitec Georg AG (Typ: CSE-X).

Bild 3.7 zeigt die Messzelle in der Klimakammer, wobei die Anordnung der einzelnen Komponenten zu sehen ist. Insbesondere ist die Anordnung der Flansche für die Druckmittler (an den Gewindestangen), die zur Füllstandsregelung dienen und im nächsten Abschnitt detailliert beschreiben werden, zu erkennen. Alle Messzellen- und Umwälzkomponenten (Rohrleitungen, Kugelhähne, Verschraubungen, Schaugläser, Flanschverbindungen, etc.) sind aus Edelstahl und nach AD-Merkblättern /27/ und DIN-Normen ausgelegt und berechnet.

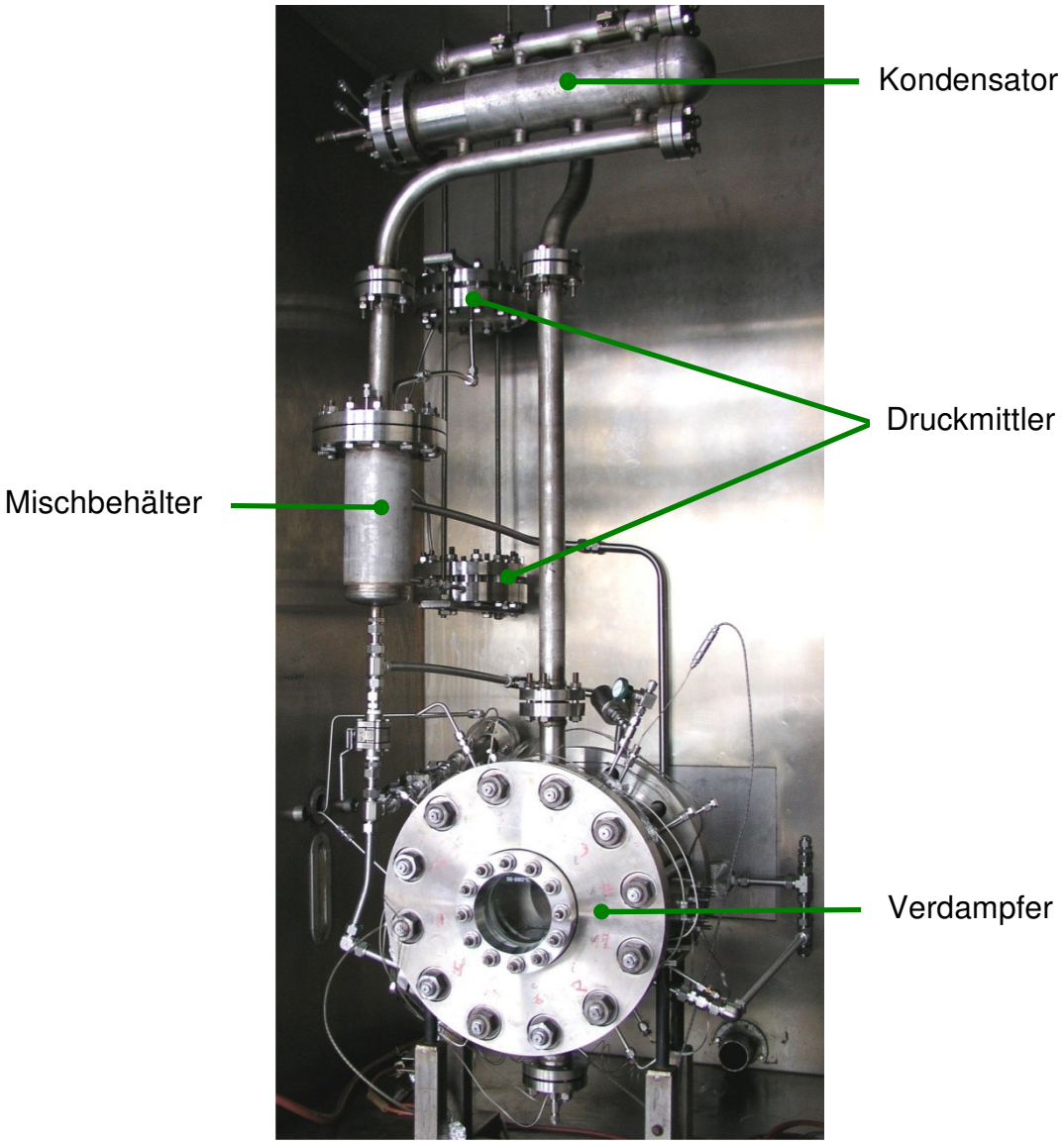


Bild 3.7: Foto der modifizierten Normsiedeapparatur.

3.2 Füllstandsregelung und Pumpensteuerung

Aufgrund der geodätischen Höhenunterschiede der einzelner Komponenten würde es zu starken Schwankungen der Füllstandshöhe im Verdampfer kommen. Die Folge wäre, dass während der Messung das Versuchsrohr nicht vollständig in der Flüssigkeit eingetaucht wäre und es zum Burnout kommen würde. Um das zu vermeiden, muss der Füllstand geregelt werde. Nach einer umfassenden Marktrecherche ist im Hinblick auf die zu erfüllenden Anforderungen zur Füllstandsregelung der Einbau eines hydrostatischen Differenzdruckmessers ausgewählt worden.

Wie in Bild 3.8 dargestellt, sind die Membranen über eine kapillare Druckleitung, die mit einer neutralen Flüssigkeit gefüllt ist, mit dem Messumformer verbunden. Durch diese Art der kapillaren Verbindung kann der Messumformer bei hohen Umgebungstemperaturen betrieben werden. Die Druckmittler messen über richtkraftlose Membranen den Druck bzw. die Druckdifferenz, woraus der Füllstand eines Gefäßes errechnet wird. Das Produkt im Messbehälter steht nur in Kontakt mit den Druckmittlern und muss nicht bis zum Messumformer geführt werden. Die geringe Füllmenge der Druckleitungen vermindert zusätzlich die Temperatureinwirkungen auf das Messergebnis. Die Membran wird beim Anlegen eines Drucks ausgelenkt, und der gemessene Druck wird über den Druckmittler und die Kapillarleitung an den Messumformer übertragen. Im Drucksensor des Messumformers verdrängt der Druck eine weitere Messmembran, und die Auslenkung wird in ein entsprechendes, zum Prozessdruck proportionales Spannungs-, Strom- oder digitales Ausgangssignal umgewandelt /28/.

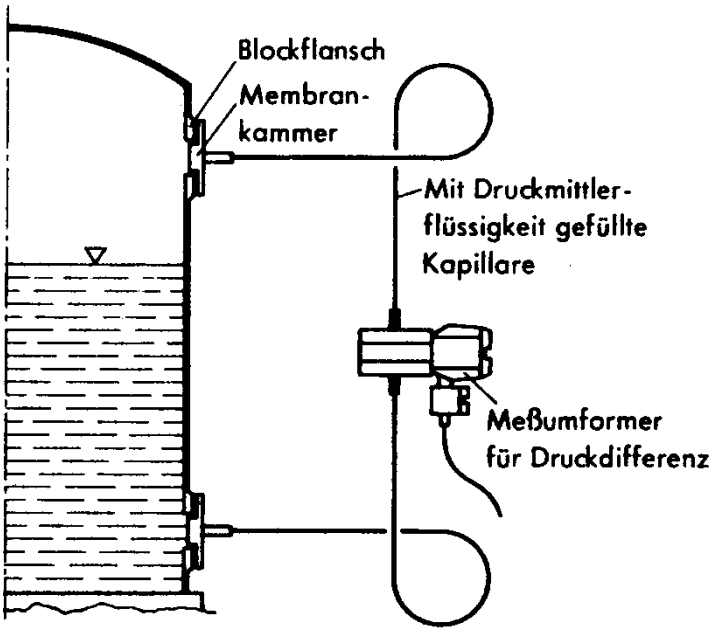


Bild 3.8: Hydrostatische Füllstandsmessung mit Differenzdruckmessern /28/.

Die Druckmittler können direkt am Gefäß oder über Leitungen vom Gefäß zu den Druckmittlern angebracht werden, benötigen dann aber eine separate Flanschverbindung. Bei der zweiten Variante ist zu beachten, dass die Messleitungen für die flüssige Phase die hydrostatische Druckänderung möglichst fehlerfrei zum Druckmittler übertragen. Gasblasen müssen bei der Füllung des

Gefäßes aus der Zuleitung zum Druckmittler entweichen können, um das Messergebnis nicht zu verfälschen. Bei diesem Messverfahren ist eine Nullpunktanhebung notwendig, da die Höhenunterschiede der Druckmittler das Messumformersignal sehr stark beeinflussen, weil diese mit einem flüssigen Silikonöl gefüllt sind. Bei der Betrachtung des Arbeitsvolumens sind zwei gegensätzliche Kriterien zu unterscheiden: Bei Stoffen, die zu Ablagerung neigen, empfiehlt es sich, ein geringes Arbeitsvolumen vorzusehen /2/. Hingegen verbessert ein großes Arbeitsvolumen die Messgenauigkeit /28/.

Die Druckmittler sind eingefasst in eine Konstruktion aus jeweils einem Flansch und einem ebenen Boden. Zur Messung des Flüssigkeits- bzw. des Gasdrucks im Mischbehälter sind zwei unterschiedliche Flanschkonstruktionen notwendig.

Der obere Flansch ist in beiden Fällen baugleich. Der ebene Boden für die Messung des Flüssigkeitsdrucks hat im Unterschied zur Gasdruckmessung einen seitlichen Anschluss. Dieser seitliche Anschluss soll das Entweichen von Gas aus dem Druckmittler vereinfachen, damit der Flüssigkeitsdruck möglichst fehlerfrei an den Druckmittler übertragen werden kann. Zur Verbindung beider Flansche werden M12-Edelstahlschrauben mit jeweils einer Unterlegscheibe und vier Tellerfedern verwendet.

Die einzelnen Komponenten, bestehend aus den Druckmittlern und den Flanschen, werden in der Klimakammer durch eine Konstruktion aus zwei senkrecht von der Decke hängenden Gewindestangen (M12-Edelstahl) und zwei ebensolchen Halterplatten befestigt (Bild 3.9). Beide Druckmittler sind dadurch in der Höhe variabel verstellbar. Des Weiteren können durch die Höhenverstellung des unteren Flansches Flüssigkeitsreste aus diesem entfernt werden, wenn der Versuchsstoff in der Anlage gewechselt werden soll.

Für diese Art der **Füllstandsregelung** ist ein elektrischer Messumformer Typ 1151 DP für Druck und Differenzdruck (Bild 3.10) mit Membrandruckmittlern vom Typ 1199 der Firma Rosemount gewählt worden. Die Druckmittler, die mit Hochtemperatur Silikonöl gefüllt sind werden über Druckleitungen mit dem Messumformer verbunden. Aus dem kleinen Querschnitt der Druckleitungen und der geringen Füllmenge folgt, dass starke Einflüsse durch Temperaturunterschiede innerhalb und außerhalb der Klimakammer minimiert werden. Diese Anordnung führt dazu, dass nur die Druckmittler mit der Flüssigkeit in Kontakt treten und nicht

der Messumformer selbst. Die Druckmittler können bei Drücken bis 140 bar und bei Temperaturen von -45°C bis 205°C eingesetzt werden, wobei der Messumformer auf einen Temperaturbereich von -45°C bis 100°C bei Drücken von 0 bis 1 bar beschränkt ist. Der Messumformer erzeugt ein Messsignal von 4 bis 20 mA, das zur Pumpensteuerung und Füllstandsregelung verwendet wird. Der Füllstand kann während der Messung auf ±2 mm geregelt werden.

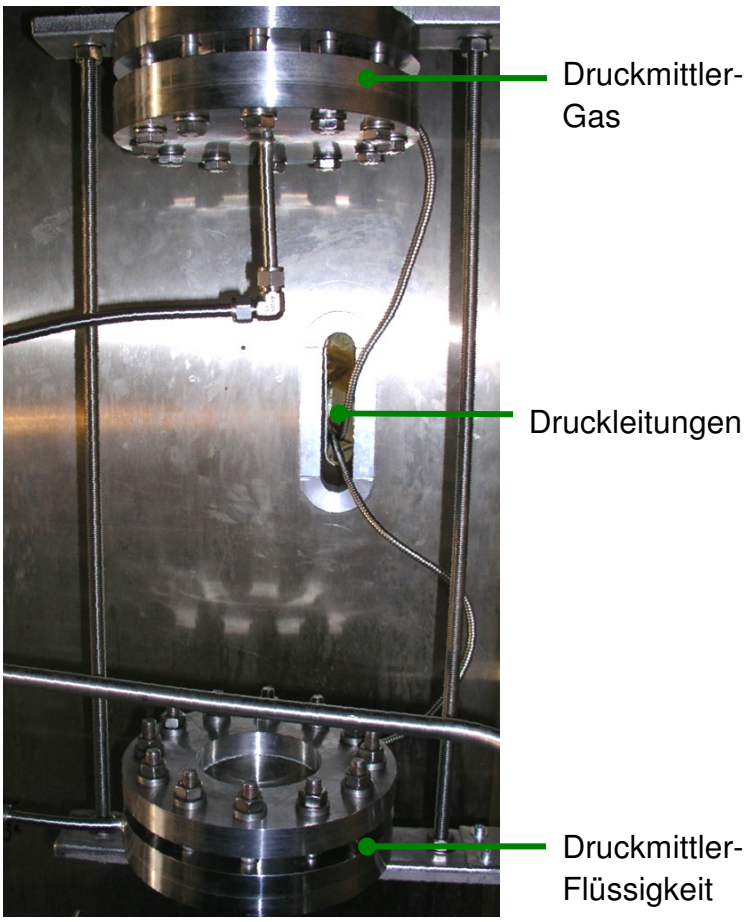


Bild 3.9: Konstruktion der Druckmittler-halterung.

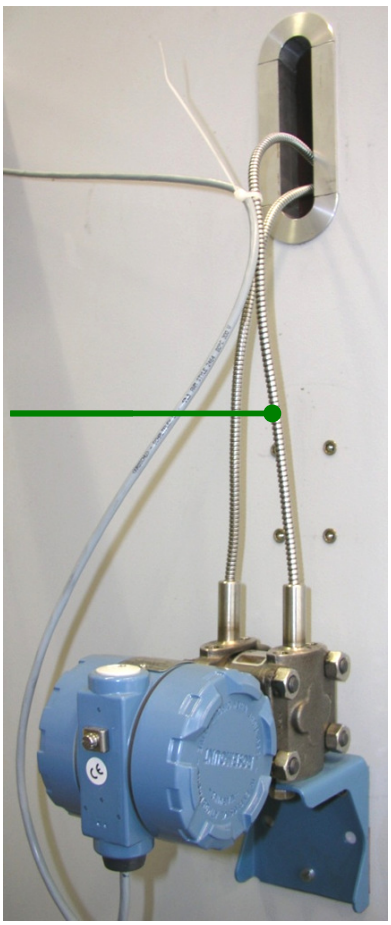


Bild 3.10: Rosemount-Messumformer Typ 1151 DP auf Konsole.

Die Pumpensteuerung erfolgt über das Messsignal des Differenzdruck-aufnehmers (siehe Bild. 3.11). Pumpe (2) fördert das Gemisch aus dem Mischbehälter mit einem konstanten, aber mithilfe des zugehörigen Frequenzumformers in weiten Grenzen einstellbaren Massenstrom in den Verdampfer. Das ermöglicht die Bestimmung des Einflusses der Strömung auf den Wärmeübergang. Über Pumpe (1) wird mithilfe eines PI-Reglers der Füllstand geregelt. Während der Messung kann der Füllstand auf diese Weise konstant

gehalten werden, aber es kann vorkommen, dass bei unterschiedlichen Messreihen aufgrund der Temperatur- und Konzentrationsschwankungen das Niveau im Verdampfer nicht immer gleich ist. Detaillierte Untersuchungen haben bestätigt, dass die Füllstandshöhe im Verdampfer keinen Einfluss auf den Wärmeübergang beim Sieden hat, solange das Versuchsrohr komplett im Versuchsstoff eingetaucht ist /10/. Bei den Messungen ist dafür gesorgt worden, dass sich der Füllstand mindestens 80 mm oberhalb des Versuchrohres befand. In Abschnitt 3.7 wird auf den Einfluss der Strömung auf den Wärmeübergang näher eingegangen.

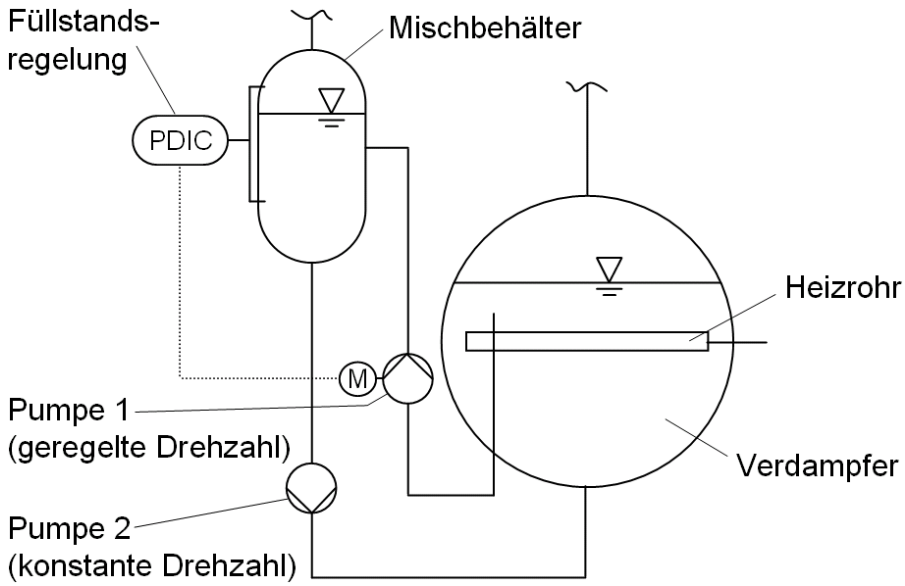


Bild 3.11: Schematische Darstellung der Füllstandsregelung.

3.3 Aufbau des Versuchsrohres

Wie bereits erwähnt, werden in dieser Arbeit Wärmeübergangsmessungen von weitsiedenden Stoffgemischen experimentell untersucht. Es ist allgemein bekannt, dass es bei solchen Stoffgemischen zu einer Verschlechterung des Wärmeübergangs kommt. Das bedeutet, dass die Wärme von der Heizrohroberfläche schlecht abgeführt wird, was einen starken Anstieg der Heizflächentemperatur bewirkt. Die bisherige Konstruktion der Versuchsrohre, die in der Arbeit von Pinto /29/ detaillierter beschrieben ist, wurde für das niedrigviskose Stoffgemisch n-Pentan / n-Hexadekan benutzt. Dabei ist festgestellt worden, dass die maximal

erlaubte Absoluttemperatur von 180°C, die durch das Weichlöten des Versuchsrohres bedingt ist, relativ schnell erreicht wird und so eine Einschränkung für die systematischen Wärmeübergangsmessungen des obengenannten Gemisches verursacht.

In diesem Abschnitt wird der Aufbau des Versuchsrohres beschrieben, mit besonderem Bezug auf die Konstruktionsdetails, die sich für reine und engsiedende Stoffe eignen und zugleich die Anwendung für weitsiedende Gemische beschränken. In Kapitel 8.6 wird die neue Konstruktion des Versuchsrohres dargestellt, die sich auch für hochviskose Gemische mit noch größeren Heizflächentemperaturen eignet.

Das Versuchsrohr (Bild 3.12) besteht aus zwei Kupferrohren, die ineinandergeschoben sind. Das Außenrohr hat einen Durchmesser von 8 mm und eine Gesamtlänge von 230 mm.

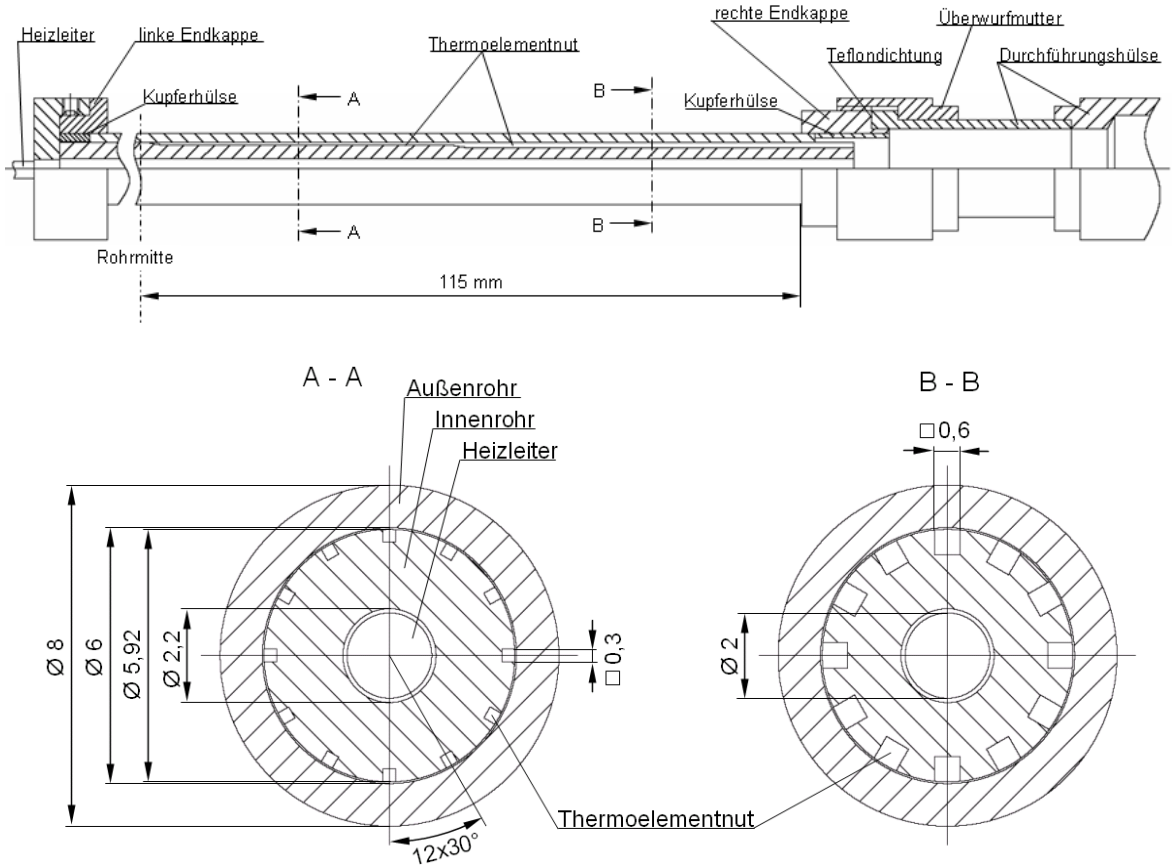


Bild 3.12: Längsschnitt (oben) und Querschnitte (unten) durch das Heizrohr /25/, /31/.

Das Innenrohr (Durchmesser: 5,92 mm) ist bis zur Mitte in Koaxialrichtung mit zwölf Nuten versehen, die gleichmäßig über den Umfang verteilt sind. In diesen Nuten sind die Thermoelemente mit verjüngten Enden, die einen Durchmesser von 0,25 mm haben, weich eingelötet. Mittig über dem Querschnitt im Innenrohr in koaxialer Richtung ist ein Heizleiter mit einem Durchmesser von 2 mm und einer beheizten Länge von 180 mm weich eingelötet, der mit Gleichstrom beheizt wird. Zur Befestigung des Versuchsrohres im Verdampfer ist das Rohr mit zwei Endkappen aus Edelstahl ausgestattet, die zugleich die axiale Wärmeleitung an den Enden nach außen minimieren.

Alle Teile des Versuchsrohres sind weich zusammengelötet worden (d. h. alle freien Räume im Innenkörper des Versuchsrohres sind mit Weichlot ausgefüllt). Die Lötarbeiten sind in einer Inertgas-Atmosphäre durchgeführt worden, um eine Oxidation von Flächen auszuschließen. Eine detaillierte Beschreibung des Herstellungsverfahrens ist in der Arbeit von Fath /25/ aufgeführt.

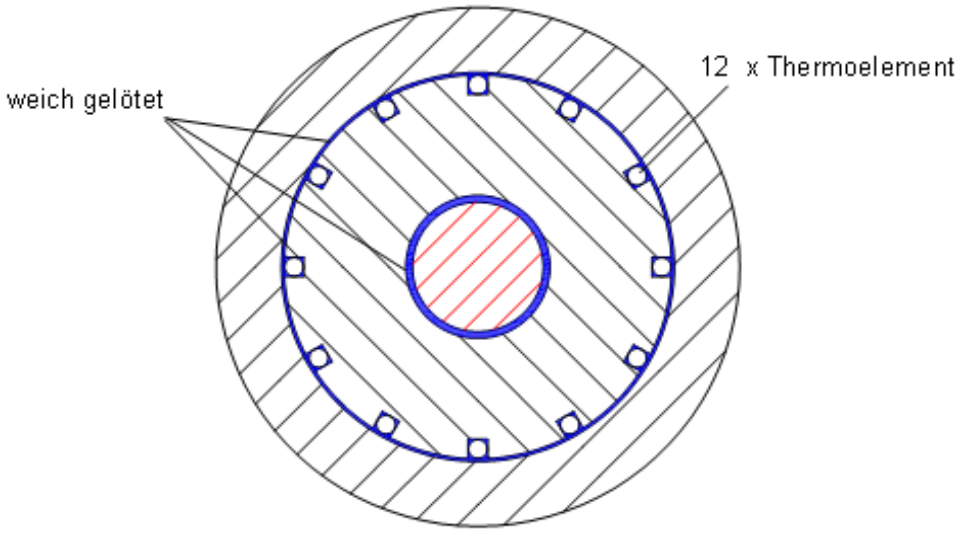


Bild 3.13: Lötstellen über den Querschnitt des Versuchrohres, Weichlot ist blau dargestellt.

Die Vorteile dieser Fertigungsweise sind Folgende:

1. Der Wärmestrom, der über den Heizleiter zugeführt wird, kann wegen der guten Wärmeleitung des Weichlotes ohne große Temperaturgradienten an die Oberfläche des Versuchsrohres geleitet werden.

2. Durch die verjüngten Enden der Thermoelemente sind die Nuten kleiner und die Messspitzen sind der Oberfläche des Versuchrohres näher, der Korrekturfaktor für die mittlere Wandüberhitzung □ *T* fällt wesentlich kleiner aus (siehe Kapitel 8.6).

3. Die Möglichkeit, dynamische Vorgänge durch bessere Wärmeleitung (von Weichlot zu Wärmeleitpaste) zu beobachten ist wesentlich besser.

Der Nachteil ist, dass z. B. bei weitsiedenden Stoffpaarungen (z. B. n-Pentan / n-Hexadekan) mit einem n-Hexadekan-Anteil von 23,1% bei einer Wärmestromdichte von 100 kW/m^2 und einer Siedetemperatur von 76°C Überhitzungen der Heizfläche von bis zu 100 K zu beobachten sind (Absolut-Temperatur des Versuchrohres beträgt $T_s+\Delta T$). Somit würde die Schmelztemperatur von Weichlot fast erreicht werden, wodurch die Lotstellen zu schmelzen beginnen würde. Aus diesem Grund sind die Wärmeübergangsmessungen nur bis zu einer Siedetemperatur von 106 °C durchgeführt worden.

Die **Oberfläche des Versuchsrohres**[1] ist nach einem von Luke /2/, /30/, /31/ entwickelten Verfahren bearbeitet worden. Zunächst wird die Oberfläche per Hand mit Schmirgelpapier unterschiedlicher Körnung poliert und anschließend sandgestrahlt, was in zwei Arbeitsschritten erfolgt. Im ersten Schritt wird die Oberfläche fein sandgestrahlt. Der Sand besteht aus Edelkorund F320 mit einer engen Kerngrößenverteilung von d_p = 20 - 30 µm, der bei einem Strahldruck von 3 bar auf die Oberfläche aufgebracht wird. Im zweiten Schritt wird die Oberfläche mit Korund C220 d_p = 50 - 80 µm und einem Strahldruck von 1,5 bar sandgestrahlt. Das beschriebene Verfahren wird mit einer halbautomatischen Anlage durchgeführt, die es ermöglicht, die Oberflächen zu reproduzieren.

Nach der mechanischen Oberflächenbearbeitung wird die Oberfläche des Versuchsrohrs zur genauen Oberflächenanalyse mit einem Rauheits-Messgerät (Fa. Hommelwerke, Typ T 8000) untersucht. Die Rauheitsmessung der Oberfläche erfolgt berührungslos mit einem Ultraschalltaster genau über den Spitzen der eingelöteten Thermoelemente. Während der Vermessung wird der Taster mithilfe eines Linearvorschubes in Umfangsrichtung (x-Richtung) mit einer Geschwindigkeit von 0,01 mm/s über eine Strecke von x = 500 µm geführt, danach

---

[1] Die Oberflächenstruktur des Versuchsrohres wurde dankenswerter Weise von Frau Prof.Dr.-Ing A. Luke erzeugt und bearbeitet.

abgehoben und in y-Richtung um y = 0,5 µm axial versetzt. Eine detaillierte Beschreibung dieses Messverfahrens findet sich in /2/, /30/.

Bei diesen experimentellen Untersuchungen wird die Oberflächenbeschaffenheit einmal vor und dann nach den Wärmeübergangsmessungen des Gemisches (n-Pentan / n-Hexadekan) untersucht, damit eventuelle Ablagerungen an der Oberfläche festgestellt werden können. Die Notwendigkeit, die Oberflächenrauheit der Heizfläche zu kennen, ergibt sich aufgrund ihres Einflusses auf den Wärmeübergang /2/, /32/. Sie wird auch bei einigen empirischen Korrelationen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangskoeffizienten berücksichtigt.

In Bild 3.14 sind die Standardrauheitsparameter nach DIN EN ISO 4287 sowie ein Profilschnitt und eine Topografie der Oberfläche des Versuchsrohres dargestellt, die vor Beginn der Wärmeübergangsmessung entstanden sind. Der arithmetische mittelere Rauheitswert liegt bei P_a = 0,661 µm, (Messlänge x = 0,5 µm $\lambda = \infty$), wobei die Streuung der Werte σ = 0,072 beträgt. Neben der arithmetischen mittleren Rauheit sind noch die quadratische mittlere Rauheit P_q, die Glättungstiefe P_p, die maximale Rauhtiefe P_t und die mittlere Rauhtiefe P_z , die in verschiedenen Korrelationen berücksichtigt werden, gegeben.

In Bild 3.15 sind die Standardrauheitsparameter nach den experimentellen Untersuchungen dargestellt. Aus dem Vergleich der Rauheitswerte, der Profilsicht und der Topografie der Oberfläche vorher/nachher wird die Ablagerung einer Schicht an der Oberfläche des Kupferrohres sichtbar. Diese Ablagerungen wirken wie eine Isolationsschicht, die den Wärmeübergang mindern. Sie behindern die Entstehung von Keimstellen an der Heizfläche des Versuchsrohres, die vorzugsweise in den Vertiefungen entstehen, indem sie diese durch Ablagerungen schließen. Im Vergleich der beiden Tabellen im Bild 3.14 und 3.15 haben alle Rauheitsparameter, insbesondere die mittlere Rauhtiefe P_z, die für die Entstehung von Keimstellen sorgt, abgenommen.

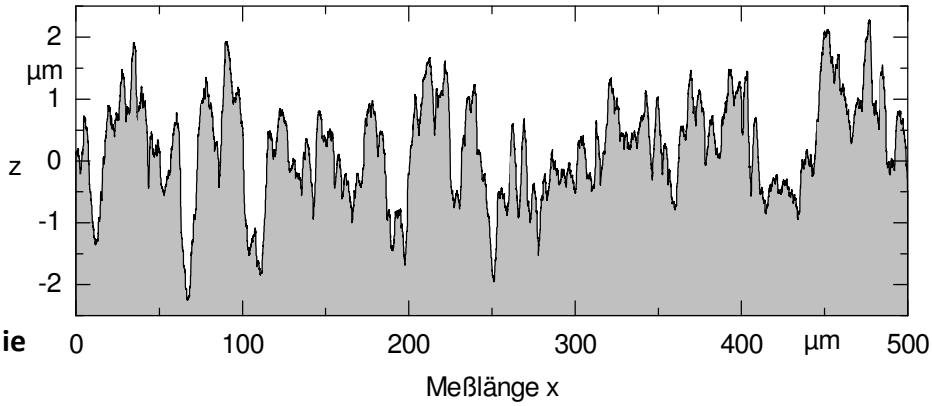
Die topografische Untersuchung der Oberflächen wurde von Frau Prof. Dr.-Ing Andrea Luke, Universität Hannover, Institut für Thermodynamik, durchgeführt.

Heizfläche: Kupferrohr Nr. 20FM2, D = 8 mm, 3. Bearbeitung
OF-Bearbeitung: Belag entfernt durch Polieren per Hand mit Schmirgelpapieren unterschiedlicher Körnung
feinsandgestrahlt mit Edelkorund F320, d_P= 20 - 30 µm; p_L = 3,0bar
mittelsandgestrahlt mit Korund C220, d_P= 50 - 80 µm; p_L =1,5bar
OF-Messung: Taster: berührungsloser Ultraschalltaster nanoswing
Meßbereich: 80 µm
Tastgeschwindigkeit: v_T = 0,01 mm/s
Meßlänge: l_m= 0,5 mm
Wellenfilter: $\lambda = \infty$

Normrauheitsparameter nach DIN EN ISO 4287, 67 Messungen

	P_a [µm]	P_q [µm]	P_p [µm]	P_t [µm]	P_Z [µm]	$P_{p,m}$ [µm]	Anzahl der Messläufe
Mittel	0,661	0,821	2,279	4,531	3,419	1,691	67 über drei Thermoelemente gemessen
max.	0,856	1,028	3,604	5,782	4,132	2,167	
min.	0,452	0,580	1,603	3,642	2,641	1,282	
σ	0,072	0,082	0,374	0,512	0,304	0,178	

Profilbeispiel (Überhöhung z/x = 36)



Topographie

Überhöhung z/x = 11,8
Schrittweite: Δx = 0,05 µm; Δy = 25 µm

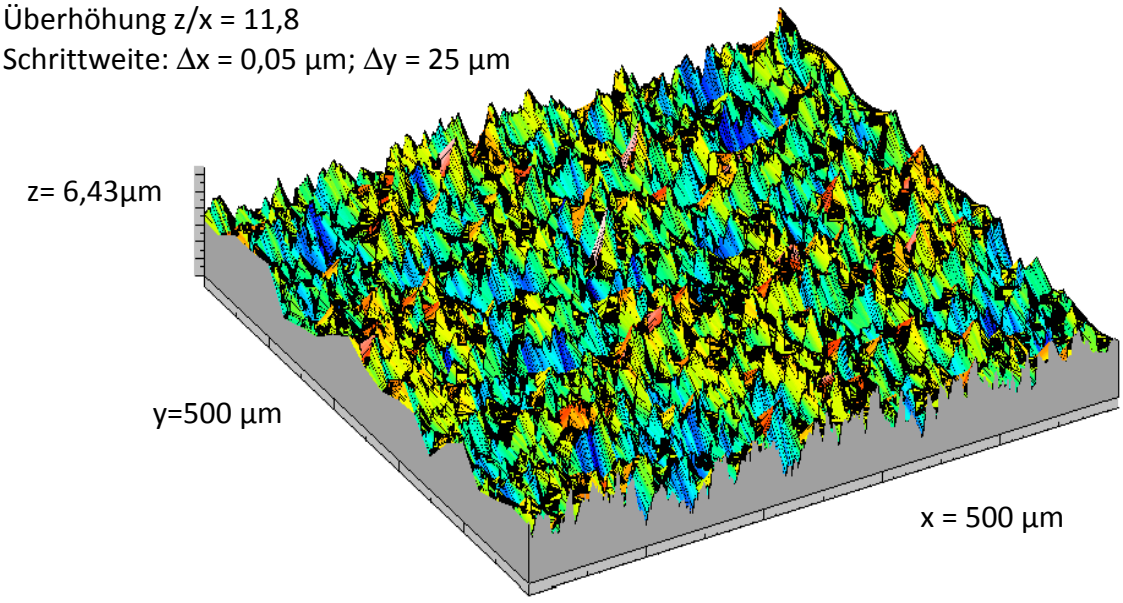


Bild 3.14: Rauheitsparameter, Profilschnitt und Topographie für die feinsand gestrahlte Oberfläche des 8-mm-Kupferrohres, vor der Messung.

Heizfläche: Kupferrohr Nr. 20FM2N, D = 8 mm, 3. Bearbeitung

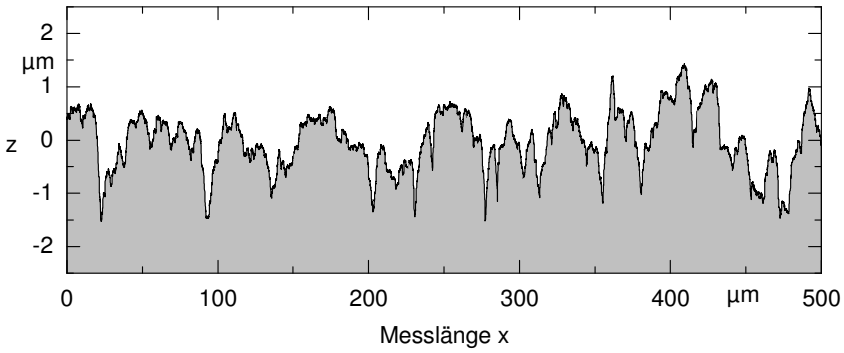
OF-Bearbeitung: Belag entfernt durch Polieren per Hand mit Schmirgelpapieren unterschiedlicher Körnung
feinsandgestrahlt mit Edelkorund F320, d_P= 20 - 30 µm; p_L = 3,0bar
mittelsandgestrahlt mit Korund C220, d_P= 50 - 80 µm; p_L = 1,5bar

OF-Messung: Taster: berührungsloser Ultraschalltaster nanoswing
Messbereich: 80 µm
Tastgeschwindigkeit: v_T = 0,01 mm/s
Messlänge: l_m= 0,5 mm
Wellenfilter: $\lambda = \infty$

Normrauheitsparameter nach DIN EN ISO 4287, 276 Messungen

	P_a [µm]	P_q [µm]	P_p [µm]	P_t [µm]	P_Z [µm]	$P_{p,m}$ [µm]	Anzahl der Messläufe
Mittel	0,450	0,570	1,417	3,396	2,374	0,994	276 über zwölf Thermoelemente gemessen
max.	0,648	0,778	2,613	5,604	3,454	1,503	
min.	0,303	0,384	0,785	1,984	1,459	0,626	
σ	0,068	0,085	0,323	0,612	0,377	0,164	

Profilbeispiel (Überhöhung z/x = 36)



Topographie

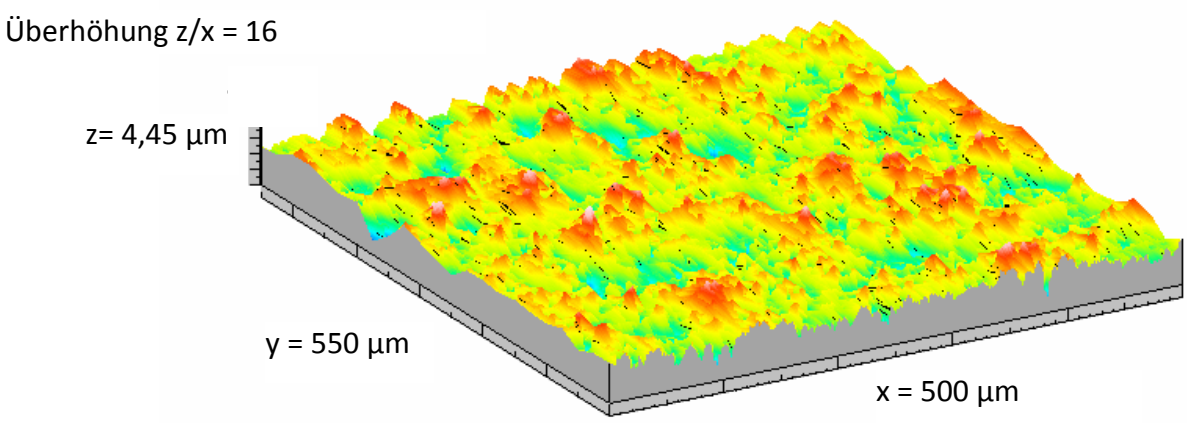


Bild 3.15: Rauheitsparameter, Profilschnitt und Topographie für die feinsandgestrahlte Oberfläche des 8-mm-Kupferrohres, nach der Messung.

3.4 Messeinrichtung und Messunsicherheitsbetrachtung

Der Wärmeübergangskoeffizient kann nicht direkt bestimmt werden, sondern wird gemäß der Definition aus der mittleren Wärmestromdichte q an der beheizten Oberfläche des Versuchsrohres und der mittleren Temperaturdifferenz ΔT zwischen den beheizten Oberflächen und der siedenden Flüssigkeit gemäß Gleichung 3.1. berechnet:

$$\alpha = \frac{q}{\Delta T} = \frac{Q}{A \cdot (T_w - T_S)} \tag{3.1}$$

Die mittlere **Wärmestromdichte** q wird aus der zugeführten Heizleistung und der Heizfläche des Versuchsrohres errechnet. Bei der beheizten Heizfläche handelt es sich um die Fläche zwischen den Endkappen des Versuchsrohres (siehe Bild 3.12). Die elektrische Heizleistung wird durch einen Spannungsabfall am Heizleiter erzeugt. Mithilfe von zwischengeschalteten Präzisionswiderständen auf den elektrischen Versorgungsleitungen des Heizleiters werden Strom und Spannung mit einem 7½-Digit Digitalmultimeter gemessen. Die genauere Bestimmung der Wärmestromdichte wird erst bei der Auswertung vorgenommen nach dem der Spannungsabfall an den kalten Enden des Heizleiters berücksichtigt ist. Eine detaillierte Beschreibung findet sich in Anhang 1A.

Die Strom- und Spannungsversorgung wird mit einem Hochleistungsnetzteil realisiert, bei dem die Spannungsstabilität ±1 mV beträgt. Das Netzteil ist mit LCD-Kontrollanzeigen für Strom und Spannung ausgestattet. Die Ausgangsspannung für die benötigte Heizleistung kann stufenlos über einen Grob- und Feinregler am Netzteil eingestellt werden.

Zur Bestimmung der **Temperaturdifferenz** ΔT zwischen der Heizfläche und der siedenden Flüssigkeit dienen 24 Thermoelemente (TE), davon 12 TE mit einem Durchmesser von d = 0,25 mm, die sich 1 mm unter der Heizfläche befinden, wie in Kapitel 3.3 beschrieben, und 12 TE ca. 40 mm unterhalb des Versuchsrohres gebündelt in der siedenden Flüssigkeit. Es wird darauf geachtet, dass die verwendeten Thermoelemente (separat für das Versuchsrohr und für den Behälter) immer aus der gleichen Produktionscharge stammen, damit mögliche Abweichungen durch Alterungsprozesse simultan ablaufen.

Nach jeder Messreihe wird die Nullspannung bei ausgeschalteter Rohrheizung aufgezeichnet und die Temperaturdifferenz einzelner Thermoelemente korrigiert. Die einzelnen Temperaturmessstellen werden nach Einflusswinkeln gewichtet und die arithmetische mittlere Temperaturdifferenz gebildet. Anschließend wird die mittlere Temperaturdifferenz um den Rohrwand-Korrekturfaktor korrigiert (siehe Kapitel 8.6).

Als Vergleichsstelle, an der die Thermoelemente eingesteckt sind, dient ein massiver Kupferklotz, der sich zur Minderung von Störeinflüssen durch Thermospannungen in den Steckplätzen, die durch Temperaturgradienten im Kupferklotz entstehen können, in der Klimakammer befindet. Von dort aus gelangt die Thermospannung über die abgeschirmten Kupferleitungen und über die vorgeschalteten Verstärker auf eine Analog-Digital-Karte, die sich im Messrechner befindet. Die Präzisionsverstärker verstärken das Messsignal um den Faktor 1000 ±0,01%. Die Kalibrierung der Verstärker und Bestimmung des Offset der Analog-Digital-Karte sind durchgeführt und in das Messprogramm integriert worden.

Der Verdampfer ist mit 10 weiteren Thermoelementen ausgestattet, die einen möglichen Temperaturgradienten messen sollen, der im Verdampfer durch die hohen Temperaturen der Heizfläche des Versuchsrohres entstehen kann. Mit diesen Thermoelementen werden die Absoluttemperaturen gemessen. Die Vergleichsstellentemperatur wird mit einem PT-100, das in den Kupferklotz eingebaut ist, gemessen.

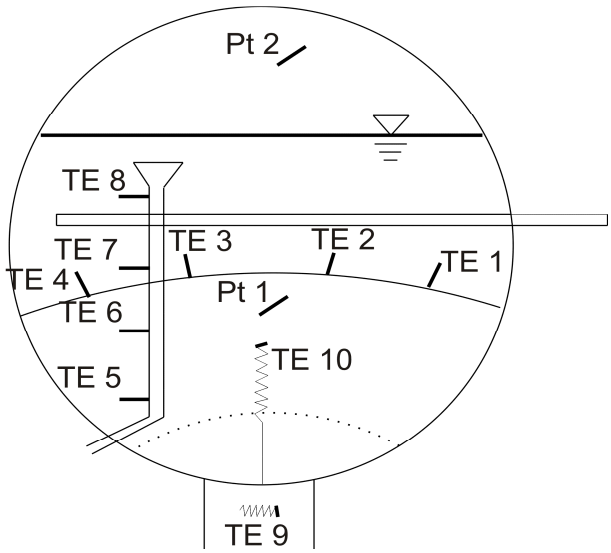


Bild 3.16: Position der Temperaturmessstellen im Verdampfer (TE = Thermoelemente, PT = PT-100).

Die **Siedetemperaturen** in der Dampf- und der Flüssigphase im Verdampfer werden mit PT-100 gemessen, mit einer Genauigkeit von ±0,1 K. Die Position der Platinwiderstandsthermometer ist in Bild 3.16 dargestellt. Das PT-100, das sich in der Flüssigkeit befindet, wird zur Messung der Regeltemperatur benutzt, damit der Zustand während der Messung stationär bleibt. Zur Überwachung der Temperatur in der Klimakammer des Kühlkreislaufprozesses werden insgesamt fünf weitere PT-100 eingesetzt.

Der **Siededruck** wird mit verschiedenen Druckaufnehmern gemessen. Für den jeweiligen Druckbereich (0 bis 1,5 bar, 0 bis 16 bar und 0 bis 65 bar) wird der zugehörige geeignete Druckaufnehmer benutzt. Die Kalibrierung erfolgt mit einem Drehkolbenmanometer, und die Genauigkeit beträgt ±0,1% vom Maximum des Messbereiches. Die Druckaufnehmer befinden sich außerhalb der Klimakammer und sind mit dem Verdampfer direkt verbunden. Die Leitungen sind so verlegt, dass sich, wenn das Kondensat in den Verbindungsleitungen entsteht, keine Auswirkungen auf die Druckmessgenauigkeit durch den zusätzlichen hydrostatischen Druck ergeben.

Der **Messunsicherheitsbeitrag** durch die Messtechnik und die Auswirkung der einzelnen Fehlerquellen auf den Wärmeübergangskoeffizienten α sind nach der vorgeschlagenen Methode im „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ (kurz GUM) ermittelt worden /33/. Wie in Gleichung 3.1 zu sehen ist, kann der Wärmeübergangskoeffizient nicht direkt gemessen werden, sondern wird aus der Temperaturdifferenz ΔT und der Wärmestromdichte q bestimmt. Die Wärmestromdichte kann ebenfalls nicht direkt gemessen werden, sondern setzt sich aus der Spannung U und dem Speisestrom I des Versuchsrohres sowie der Größe der Heizfläche A zusammen. Eine detaillierte Bestimmung der einzelnen Fehlerquellen ist in Anhang 1A dargestellt. Bei diesen experimentellen Untersuchungen variierten die Wärmestromdichten von $q = 0{,}05\ kW/m^2$ bis zu $q = 100\ kW/m^2$, und auch bei den auftretenden Temperaturdifferenzen von $\Delta T = 0{,}6\ K$ bis $\Delta T = 100\ K$ war die Bandbreite der Messgrößen sehr groß. Aus diesem Grund wird nicht der maximale Messfehler gerechnet, sondern es wird in Tabelle 3.1 am Beispiel einer Messreihe die Fehlerrechnung für den Wärmeübergangskoeffizienten α dargestellt. Aus den relativen Abweichungen für die Wärmestromdichte und die Temperaturdifferenz wird deutlich, dass der

Fehleranteil der Wärmestromdichte konstant bleibt und der Anteil durch die Temperaturdifferenzmessung mit sinkender Temperaturdifferenz deutlich zunimmt.

Tabelle 3.1: Unsicherheitsabschätzung für den Wärmeübergangskoeffizienten am Beispiel eines n-Pentan/n-Hexadekan (x_2 = 1,14 mol %)-Gemisches.

p_s [bar]	T_s [°C]	q [W/m^2]	ΔT_M [K]	α [W/m^2 K]	$\Delta q/q$ [%]	$\Delta T/T$ [%]	$\Delta\alpha/\alpha$ [%]
1,175	40,821	95697,940	25,239	3791,677	0,743	1,159	1,377
1,175	41,034	20319,710	23,657	858,915	0,743	1,159	1,377
1,176	41,107	5030,692	12,609	398,971	0,743	1,162	1,379
1,176	40,979	186,484	0,865	215,522	0,743	1,791	1,939

Aufgrund der Ähnlichkeit der Messtechnik der beiden Anlagen wurde in diesem Kapitel nur kurz die Messtechnik und Fehlerrechnung beschrieben. Eine detaillierte Beschreibung ist in Kapitel 8 und im Anhang 1A zu finden.

3.5 Versuchsvorbereitung und -durchführung

Die gesamte Anlage wurde zuerst gereinigt und zusammengebaut. Anschließend wird dieser mit destilliertem Wasser gefüllt und mit 65 bar abgedrückt, womit Schweißnähte, Flanschverbindungen, Schaugläser und Verrohrungen auf ihre Festigkeit geprüft werden. Ist der Festigkeitstest bestanden, wird die Anlage anschließend auf Dichtigkeit geprüft. Diese Prüfung erfolgt mit Stickstoff bei Umgebungstemperatur. Zum Schluss wird die Temperatur in der Klimakammer auf 150°C erhöht. Bei einem Prüfdruck von 55 bar wurde eine Leckage von 36 mbar/Tag festgestellt. Eine solche Leckage kann bei den Druck-, Temperatur- und Gesamtvolumenverhältnissen der Anlage toleriert und der Drucktest für bestanden erklärt werden.

Nach dem bestandenen Drucktest wird das Versuchsrohr in die Anlage eingebaut, nochmals abgedrückt und direkt an den Flanschverbindungen zwischen dem Versuchsrohr und dem Verdampfer hinsichtlich einer Leckage geprüft. Bevor der Versuchsstoffkreislauf mit Versuchsstoff befüllt wird, wird die Anlage mehrmals mit

Messfluid gespült und mithilfe einer Vakuumpumpe die gesamte Messzelle evakuiert. Anschließend wird der Versuchsstoff eindestilliert. Bei dem weitsiedenden n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch wird das Hexadekan wegen der hohen Siedetemperatur in der Flüssigphase eingefüllt. Bei der Messung wird der Versuchsstoff bis zu 100 mm oberhalb des Versuchsrohres eindestilliert/eingefüllt und die Klimakammer auf die gewünschte Temperatur gebracht. Die Messungen werden immer von den höheren zu den niedrigeren Siedetemperaturen durchgeführt. Bis zum Erreichen des stationären Zustandes in der Messzelle wurden in der Regel bis zu 10 Stunden benötigt. Bei den Gemischen wird dieser Zeitraum für die Vorvermischung genutzt: Das Gemisch wird bis zu 600-mal über die Umwälzvorrichtung gepumpt, die in Abschnitt 3.1 beschrieben wurde.

Bevor die Messungen beginnen, müssen noch Einfahreffekte eliminiert werden, die kurz nach der Inbetriebnahme des Versuchsrohres beim Blasensieden zu einem besseren Wärmeübergang führen können, der durch hohe Gasbeladung der Heizfläche entsteht. Nach Gorenflo /34/ können Einfahreffekte bei tiefen Siededrücken noch 80 h anhalten; um dieser Zeit zu verkürzen, wird das Versuchsrohr beim Hochheizen der Anlage zum Sieden gebracht und immer wieder ausgeschaltet, damit die Gasreste in den Vertiefungen minimiert werden und eine bessere Benetzung der Heizfläche durch den Versuchsstoff erfolgen kann.

Wenn alle obengenannten Voraussetzungen erfüllt sind, wird das Versuchsrohr langsam auf die höchste Wärmestromdichte gebracht und die zugeführte Leistung über die Kondensatorkühlung abgeführt, wobei zu beachten ist, dass Siedetemperatur und -druck möglichst konstant bleiben (±0,01 bar). Eine Messreihe beginnt bei der höchsten Wärmestromdichte von ca. 100 kW/m^2 und geht bis zur niedrigsten von 0,05 kW/m^2.

Nach jeder Messreihe wird eine Probe aus dem Verdampfer gezogen, und die nächste Konzentrationszusammensetzung des Gemisches wird eingestellt. Eine detaillierte Beschreibung von Probenahme und Konzentrationsbestimmung findet sich im nächsten Abschnitt.

3.6 Probeentnahmevorrichtung und Konzentrationsbestimmung

Die Probenentnahme geschieht über ein Rohr, das von der Außenseite des Verdampfers bis unterhalb des Versuchsrohres in die Flüssigphase des Gemisches hineinragt. Zu beachten ist, dass vor der endgültigen Probenentnahme das Rohr entleert wird, um Fehlern aufgrund von Restflüssigkeit bei der Konzentrationsmessung vorzubeugen. Aus diesem Grund werden zwei evakuierte Behälter an das Rohr angeschlossen. Mit einem Behälter wird die Flüssigkeit, die sich noch im Rohr befindet, abgesaugt. Im Anschluss wird der zweite Behälter mit dem im Verdampfer befindlichen Gemisch befüllt. Parallel zu diesem Vorgang werden auch mehrmals in der Dampfphase Proben über eine separate Leitung genommen. Der Aufbau der Probenentnahme ist in Bild 3.17 schematisch dargestellt.

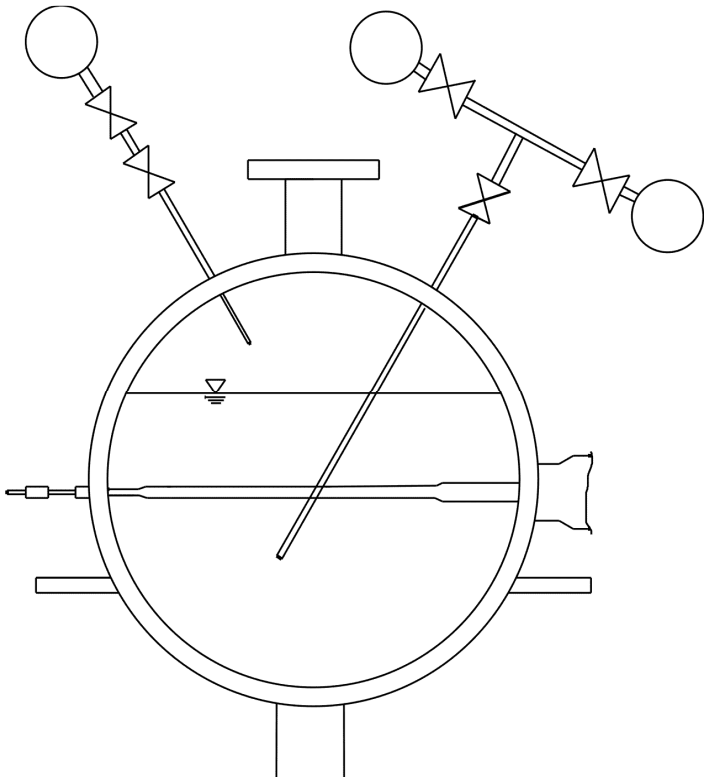


Bild 3.17: Probeentnahmebehälter mit Anschlüssen am Verdampfer.

Die Konzentration des Gemisches in den Probenbehältern ist anschließend mit einer thermogravimetrischen Analyse[1] bestimmt worden. In einem auf der Analysenwaage ausgewogenen Rundkolben werden ca. 10 g des Gemisches aus dem Probenbehälter eingewogen. Da das n-Pentan verdampft, wird sofort der

[1] Die thermogravimetrische Analyse der Proben wurde von der Fakultät für Naturwissenschaften an der Universität Paderborn durchgeführt.

Wert, den die Waage anzeigt, abgelesen. Der Inhalt des Rundkolbens wird am Rotationsverdampfer bei 50°C ohne Vakuum eingeengt. Anschließend wird der Rundkolben im Trocknungsschrank bei 105°C für ca. 20 Minuten aufbewahrt und zum Abkühlen in den Exsikkator gelegt. Danach wird erneut auf der Analysenwaage ausgewogen /35/. Aufgrund der Massenunterschiede wird die Konzentration bestimmt. Die Ergebnisse der Analysen der angesetzten Gemische sind in Tabelle 3.2 aufgeführt. Die thermogravimetrische Analyse eignet sich gut für Stoffgemische, deren Siedetemperaturen weit auseinander liegen, wie es bei n-Pentan / n-Hexadekan-Gemischen der Fall ist. Die Analyse der Probenentnahme der Dampfphase zeigte einen Anteil von weniger als 0,01 Mol % Hexadekan. Die thermogravimetrische Analyse weist eine Standardabweichung von ±0,029 Mol% auf.

Tabelle 3.2: Zusammensetzung der gemessene n-Pentan/Hexadekan Gemische

	n-Pentan		n-Hexadekan	
Proben-Nr.	Mol %	Mass.%	Mol.%	Mass.%
1	99,86	99,56	0,14	0,44
2	99,73	99,16	0,27	0,84
3	99,36	98,02	0,64	1,98
4	98,94	96,75	1,06	3,25
5	98,86	96,51	1,14	3,49
6	88,70	71,44	11,30	28,56
7	76,90	51,47	23,10	48,53
8	58,20	30,73	41,80	69,27
9	39,90	17,46	60,10	82,54
10	15,90	5,68	84,10	94,32
11	4,10	1,34	95,90	98,66

Die elf analysierten Proben, die in Tabelle 3.2 aufgeführten sind, wurden während der Wärmeübergangsmessungen beim Sieden des n-Pentan / n-Hexadekan Gemisches aus dem Verdampfer entnommen. Die Messergebnisse für diese Gemische werden in Kapitel 5 vorgestellt.

3.7 Einfluss der Umwälzeinrichtung auf den Wärmeübergang

In einer Reihe von Zusatzmessungen werden die durch die Umwälzeinrichtung verursachten Anströmungseffekte untersucht. Mit diesen Erkenntnissen sind bei späteren Messungen die Betriebsparameter der Umwälzanlage so gewählt worden, dass der Anströmeffekt vernachlässigbar gering ist. Die Anströmversuche sind zunächst mit reinem n-Pentan durchgeführt worden. Über einen bestimmten Zeitraum werden die Wärmestromdichten konstant gehalten und die Pumpenleistungen variiert. Bei höheren Wärmestromdichten $q > 20\ kW/m^2$ und einer Pumpenleistung von maximal 20% sowie bei Wärmestromdichten $q < 20 kW/m^2$ ist bei einer Pumpenleistung von 10% kein signifikanter Einfluss auf den Wärmeübergang festgestellt worden. Die Konstruktion des Verdampfers ist so ausgeführt, dass das Versuchsrohr nicht direkt angeströmt wird. Die Strömung wird durch das Lochblech verlangsamt und auf dem gesamten Verdampfer verteilt. Bei den Messungen wird die Pumpenleistung ≤ 10% gewählt, was etwa einem Massenstrom von ≤ 25 kg/h entspricht, wobei der zu erwartende maximale Kondensatmassenstrom 6 kg/h beträgt. Die Pumpenleistung (Pumpe 2) wurde während der gesamten Messung konstant gehalten. Wenn die Anströmung einen signifikanten Einfluss auf dem Wärmeübergang hätte, würde dieser insbesondere bei niedrigeren Wärmestromdichten im Bereich der freien Konvektion zu sehen sein.

Mithilfe von Bild 3.15 wird der Einfluss der Umwälzeinrichtung auf den Wärmeübergang bei zwei verschiedenen Messreihen gezeigt. Im oberen Diagramm wird deutlich, dass die gewählten Betriebsparameter der Umwälzeinrichtung bei reinem n-Pentan keinen Einfluss auf den gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten haben und die Messdaten auf der gleichen Ausgleichsgerade im Bereich des Blasensiedens liegen. Im Bereich der freien Konvektion liegen die Messdaten im Streuungsbereich der Messtechnik.

Im unteren Diagramm (Bild 3.18) ist eine Messreihe eines n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisches dargestellt. Schon bei einer Konzentration des n-Hexadekans von $x_2 = 1{,}06$ Mol% kommt es zu einer Verschlechterung des Wärmeübergangs bei höheren Wärmestromdichten. Es ist deutlich zu sehen, dass die Messdaten nicht auf der gleichen Ausgleichsgerade liegen.

Bei ausgeschalteten Pumpen kommt es zu einer Anreicherung der schwersiedenden Komponente im oberen Teil des Verdampfers (siehe Bild 2.1). Dies hat einen Anstieg der Temperaturdifferenz bei Wärmestromdichten von q = 100 kW/m^2 von ΔT = 13,4 K auf ΔT = 14,5 K und bei q = 20 kW/m^2 von ΔT = 6,5 K auf ΔT = 7,1 K zur Folge. Bei einem höheren Anteil an n-Hexadekan ist die Entmischung noch stärker ausgeprägt. Aufgrund eines unkontrollierten und sehr starken Anstiegs der Temperaturdifferenz bei höheren Anteilen des n-Hexadekans konnten die Untersuchungen nicht durchgeführt werden, da sonst das Versuchsrohr wegen der maximal erlaubten Temperatur von 180°C beschädigt werden würde.

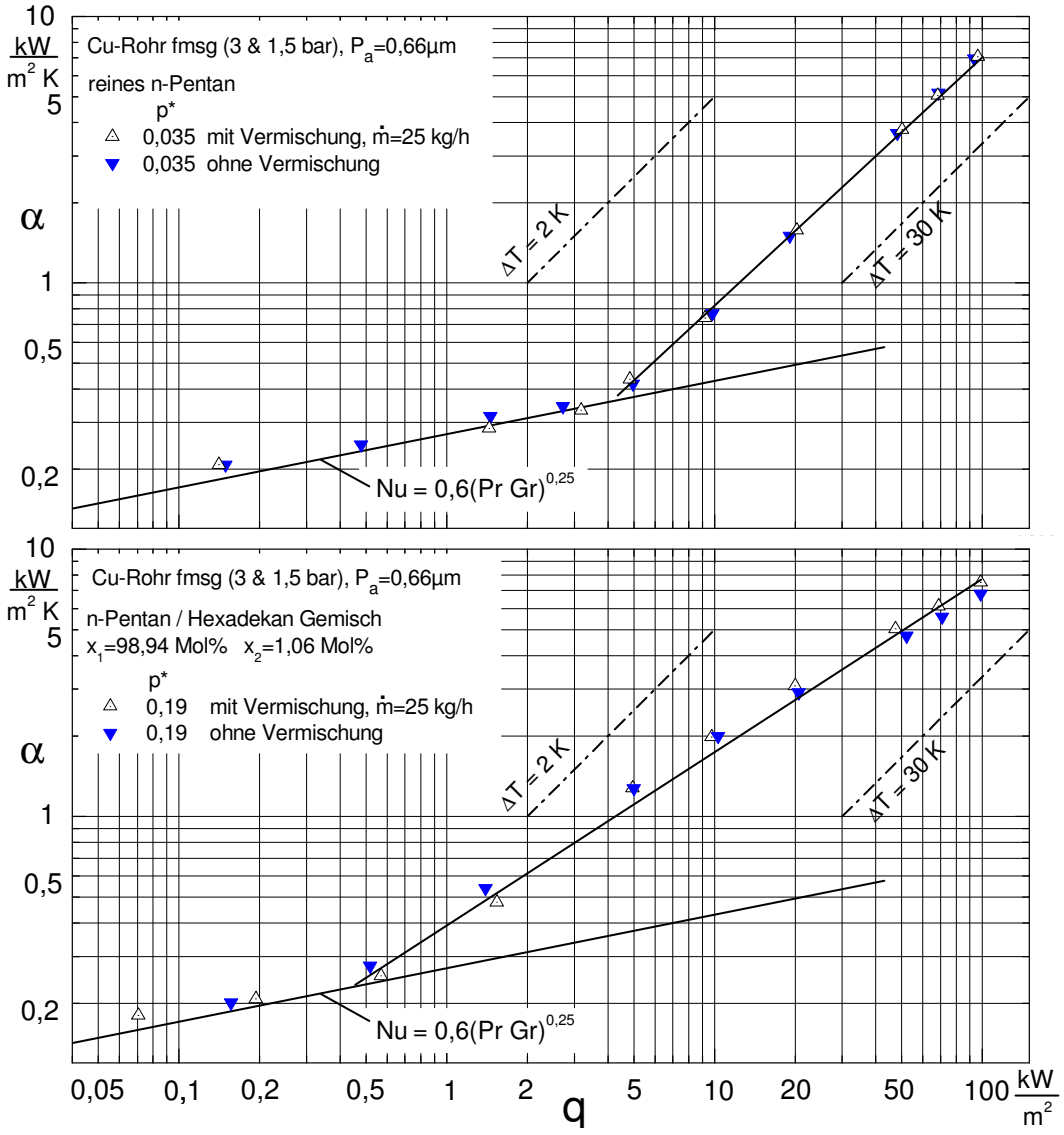


Bild 3.18: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan (oben) und eines n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisches (unten) mit und ohne Zwangsvermischung.

4. Messergebnisse für reine Stoffe und Funktionsnachweis der Anlage

In diesem Kapitel werden die Messergebnisse für reines n-Pentan und die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten für das Hexadekan dargestellt sowie die Berechnungsmethode nach Gorenflo /1/, /11/, /12/ detailliert dargelegt. Aufgrund der Temperaturbegrenzung der Anlage auf 150°C ist nur eine Untersuchung von n-Pentan bei bestimmten normierten Drücken (bei $p^* = 0{,}035$ bis $p^* = 0{,}5$) im Bereich des Blasensiedens möglich. Die Siedetemperaturen von reinem n-Hexadekan liegen bei den relevanten Drücken weit über 150°C (bei $p^* = 0{,}1$ beträgt die Siedetemperatur ca. $T_s = 302$°C).

Zunächst werden Messungen für n-Pentan mit Messungen aus der Literatur verglichen, womit die Funktion der Anlage belegt wird. Für diese Zwecke wird auch der VDI-Wärmeatlas-Ansatz von Gorenflo herangezogen. Im nächsten Schritt wird der gleiche Ansatz zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten für n-Hexadekan genutzt. Um die Korrelationen aus der Literatur auf die Messergebnisse für das Gemisch (n-Pentan/n-Hexadekan) anwenden zu können, werden die Wärmeübergangskoeffizienten für reines n-Hexadekan benötigt (siehe Kapitel 6). Daher wird die Berechnungsmethode nach VDI-Wärmeatlas im nächsten Kapitel detailliert beschrieben.

4.1 Wärmeübergangsmessungen für n-Pentan und Vergleiche mit früheren Ergebnissen

Für den Funktionsnachweis der modifizierten Siedeapparatur ist n-Pentan als Versuchsstoff ausgewählt worden, da es zugleich eine Komponente des binären n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisches ist und da für n-Pentan in der Literatur systematische Wärmeübergangsuntersuchungen über den Druckbereich bis $p^* = 0{,}5$ existieren, die als Referenzmessungen dienen sollen.

Die experimentellen Ergebnisse des Wärmeübergangskoeffizienten für das n-Pentan aus dieser Arbeit (gefüllte und halbgefüllte Symbole) und der Literatur /12/ (leere Symbole) werden in direktem Vergleich in Bild 4.1 dargestellt. In dem Diagramm ist der Wärmeübergangskoeffizient über der Wärmestromdichte q bei

vier verschiedenen normierten Drücken $p^* = p_s/p_k$ in der üblichen doppelt-logarithmischen Darstellung aufgetragen. Bei den benutzten Versuchsrohren handelt es sich um zwei in Konstruktion und verwendeten Materialien identische Versuchsrohre, jedoch mit verschiedener Oberflächenstruktur. Beide Versuchsrohre haben sandgestrahlte Oberflächen, wobei der Druck beim Feinsandstrahlen einmal 5 bar (bei dem Versuchsrohr aus /12/) und in dieser Arbeit 3 bar betrug. Wegen dieses Unterschieds in der Herstellung der Rohroberfläche ist ein minimaler Unterschied der Messergebnisse bei den normierten Drücken von 0,035 bis 0,2 zu sehen. Allerdings ist bei dem höheren normierten Druck von 0,47 ein deutlich ausgeprägter Unterschied erkennbar. Aus diesem Grund wurde ein Versuchsrohr mit der gleichen Oberflächenbeschaffenheit wie das Versuchsrohr von den Referenzmessungen von Gorenflo (P_a = 0,62 mm) in die Versuchsanlage eingebaut, um Unterschiede bei dem hohen normierten Druck zu prüfen (volle Symbole in Bild 4.1). Der Unterschied der Messergebnisse bei diesen ähnlichen Oberflächen ist gering im Vergleich zum Versuchsrohr mit der anderen Oberflächenbeschaffenheit (vgl. die Symbole mit leerem Kasten und die mit gefülltem Kasten sowie die halbgefüllten Dreiecke auf der Basis unten).

Die experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich des Blasensiedens, die zum selben normierten Druck p^* gehören, sind mit Interpolationsgeraden verbunden und entsprechen dem folgenden bekannten Potenzansatz /1/:

$$\alpha \sim q^{n(p^*)} \qquad (4.1)$$

wobei sich der zunehmend flachere Anstieg bei den höheren Siededrücken in einer Abhängigkeit des Exponenten *n* von dem normierten Druck ausdrücken lässt. Nur bei wenigen Ausnahmen ist eine Streuung der Messwerte der Ausgleichsgeraden im Bereich des Blasensiedens zu sehen.

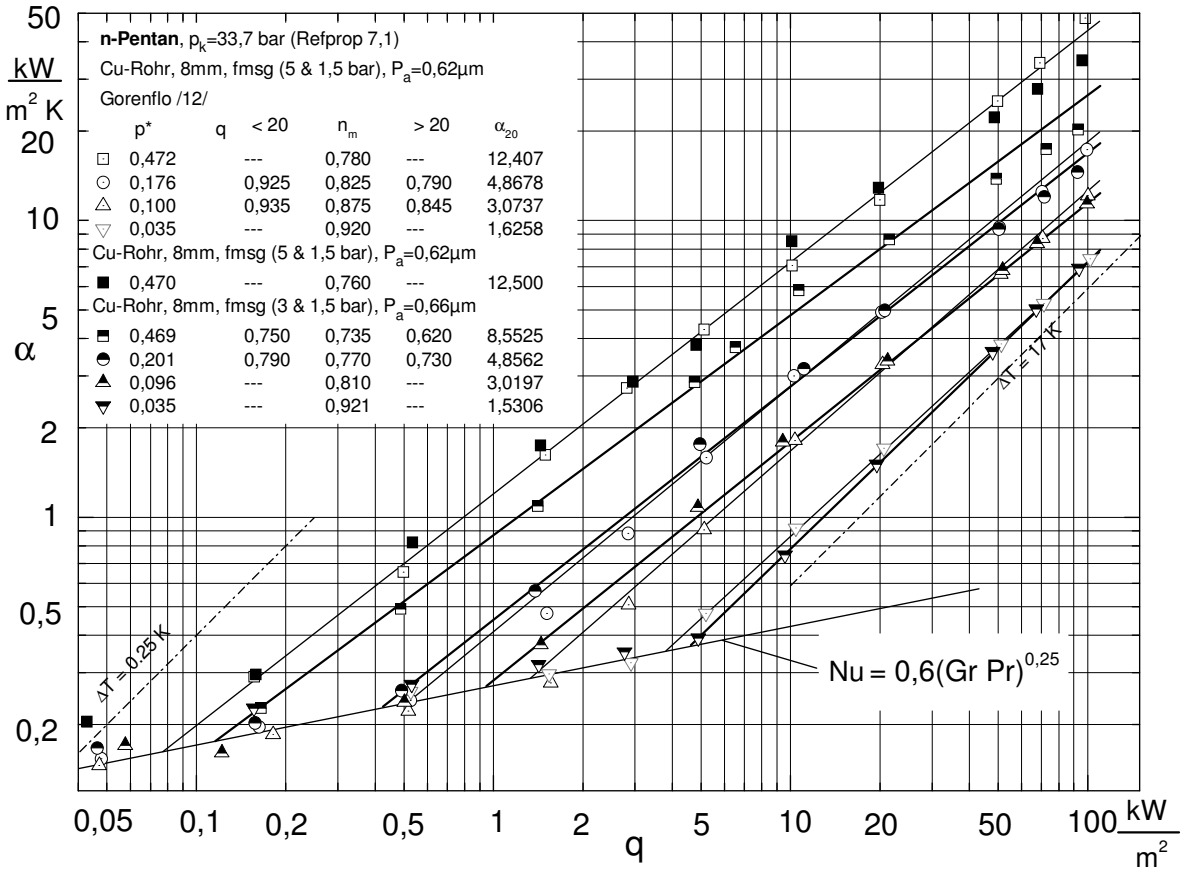


Bild 4.1: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan (halbgefüllte Symbole) sowie Vergleich mit den Ergebnissen von Gorenflo et al. /12/.

Bei den niedrigeren Wärmestromdichten und tiefen Siededrücken findet die Wärmeübertragung im Bereich der Konvektion ohne Blasenbildung statt. Die laminare freie Konvektion wird nach folgender Beziehung

$$Nu = 0{,}6\ (Gr\ Pr)^{0{,}25} \qquad (4.2)$$

gerechnet /1/. Für die Berechnung der freien Konvektion nach der Beziehung 4.2, wie in Bild 4.1 dargestellt, sind die Stoffdaten bei einem normierten Druck von p* = 0,035 benutzt worden. Wie bekannt, ist der Wärmeübergangskoeffizient im Bereich der einphasigen Konvektion sehr schwach druckabhängig.

Wie bereits gezeigt, können sich Messergebnisse einzelner Messreihen im direkten Vergleich z. B. aufgrund von Unterschieden in der Oberflächenbeschaffenheit voneinander unterscheiden. Daher werden die Messergebnisse des Wärmeübergangs beim Sieden, die in Bild 4.1 gezeigt sind, herangezogen und nach der VDI-Wärmeatlasmethode /1/ mit verschiedenen experimentellen Daten für reine Stoffe aus der Literatur verglichen.

Die relative Druckabhängigkeit des normierten Wärmeübergangskoeffizienten α/α_0 wird nach dem VDI-Wärmeatlas mit folgender Gleichung beschrieben:

$$\frac{\alpha}{\alpha_{0,1}} = 1{,}2 \cdot p^{*0{,}27} + \left(2{,}5 + \frac{1}{1-p^*}\right) \cdot p^* \tag{4.3}$$

Bei $\alpha_{0,1}$ handelt es sich um den Wärmeübergangskoeffizienten bei einer Wärmestromdichte von q = 20 kW/m^2 und einem normierten Druck von p* = 0,1.

In Bild 4.2 (unteres Diagramm) sind die Messergebnisse vieler Kohlenwasserstoffe aus der Literatur dargestellt, indem der normierte Wärmeübergangskoeffizient über den normierten Druck aufgetragen wird. Die durchgezogene Linie entspricht der Gleichung 4.3 mit einem Streuungsbereich[1] von ± 20 %, der mit den gestrichelten Linien eingezeichnet ist. Dem Diagramm ist zu entnehmen, dass sowohl die Messergebnisse aus der Literatur als auch die in dieser Arbeit vorgestellten mit dieser Gleichung gut wiedergegeben werden können.

Ein Teil der Messergebnisse aus der Literatur weist bei den höheren normierten Drücken eine höhere Druckabhängigkeit des normierten Wärmeübergangskoeffizienten im angegebenen Streubereich auf.

In Bild 4.2 (oberes Diagramm) ist der Exponent *n* in Abhängigkeit vom normierten Druck aufgetragen. Der Exponent *n* beschreibt die Steigung des Wärmeübergangskoeffizienten α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q nach Gleichung 4.1 (Steigung der Ausgleichgerade in Bild 4.1). Die Druckabhängigkeit des Exponenten *n* wird nach /1/ mit folgender Gleichung beschrieben:

$$n(p^*) = 0{,}9 - 0{,}3\, p^{*0{,}3}, \tag{4.4}$$

die in dem oberen Diagramm in Bild 4.3 als durchgezogene Linien eingezeichnet ist. Aus dem Diagramm ist zu sehen, dass die experimentell ermittelten Exponenten in einem Streubereich von ± 0,1 liegen; sie können mit Gleichung 4.4 recht gut wiedergegeben werden.

---

[1] Die Streuung der Messdaten von ± 20% kommt hauptsächlich durch unterschiedliche Beschaffenheit der Oberfläche und durch Unsicherheiten der Messtechnik und Anlagensteuerung zustande.

Ein Großteil der experimentell ermittelten Exponenten, sowohl aus der Literatur als auch aus dieser Arbeit, liegen in dem oberen Teil des Streubereiches. Aus diesem Grund ist die Gleichung 4.4 von Lambert /36/ modifiziert[1] worden.

Die Abweichung der Messwerte wird hauptsächlich durch Oberflächenunterschiede, die Konstruktion der Versuchsrohre und die Messtechnik verursacht.

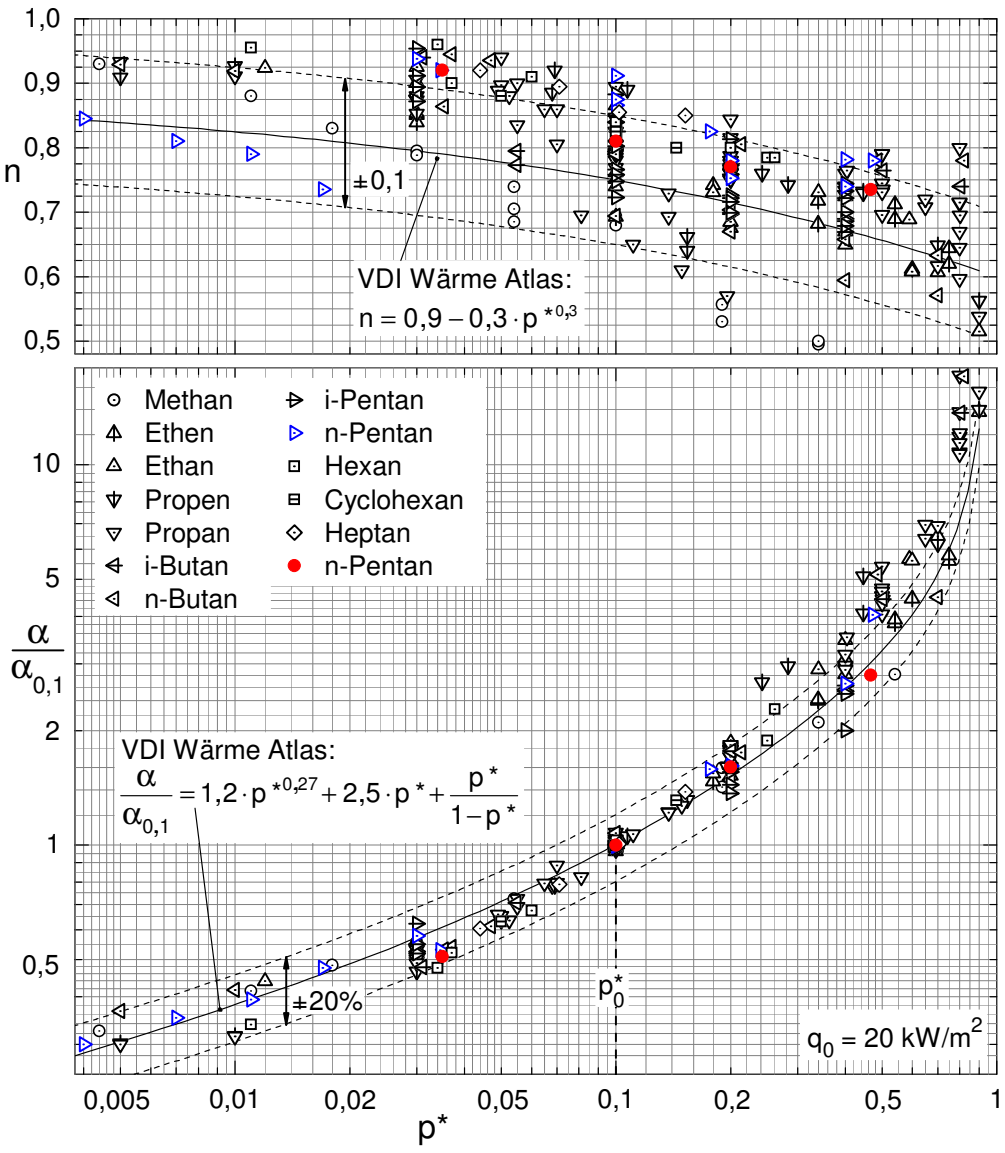


Bild 4.2: Druckabhängigkeit des normierten Wärmeübergangskoeffizienten α/α_0 bei q = 20 kW/m^2 sowie (oben) des Exponenten n aus der Gleichung 4.1. Zum Vergleich volle Symbole (diese Arbeit) und Dreiecke (mit Basis links) für n-Pentan aus der Literatur und andere Kohlenwasserstoffe /11/, /12/.

[1] Nach Lambert /36/ wird der Exponent n nach der Gleichung zu $n(p^*) = 0{,}94\text{-}0{,}37\ p^{*0{,}37}$ bestimmt (siehe auch /31/).

Um die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse zu überprüfen, werden die Messreihen für vier verschiedene normierte Drücke wiederholt, siehe Bild 4.3. Der Kontrollmessung ist zu entnehmen, dass eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Messergebnisse vorliegt. Die Streuung der Messdaten liegt im Bereich der Messunsicherheit ($\Delta\alpha/\alpha < 1{,}38\%$ bei $q > 2$ kW/m^2 und $\Delta\alpha/\alpha < 1{,}93\%$ bei $q < 2$ kW/m^2). Alle gemessenen Daten für reine n-Pentans finden sich im Anhang A2.

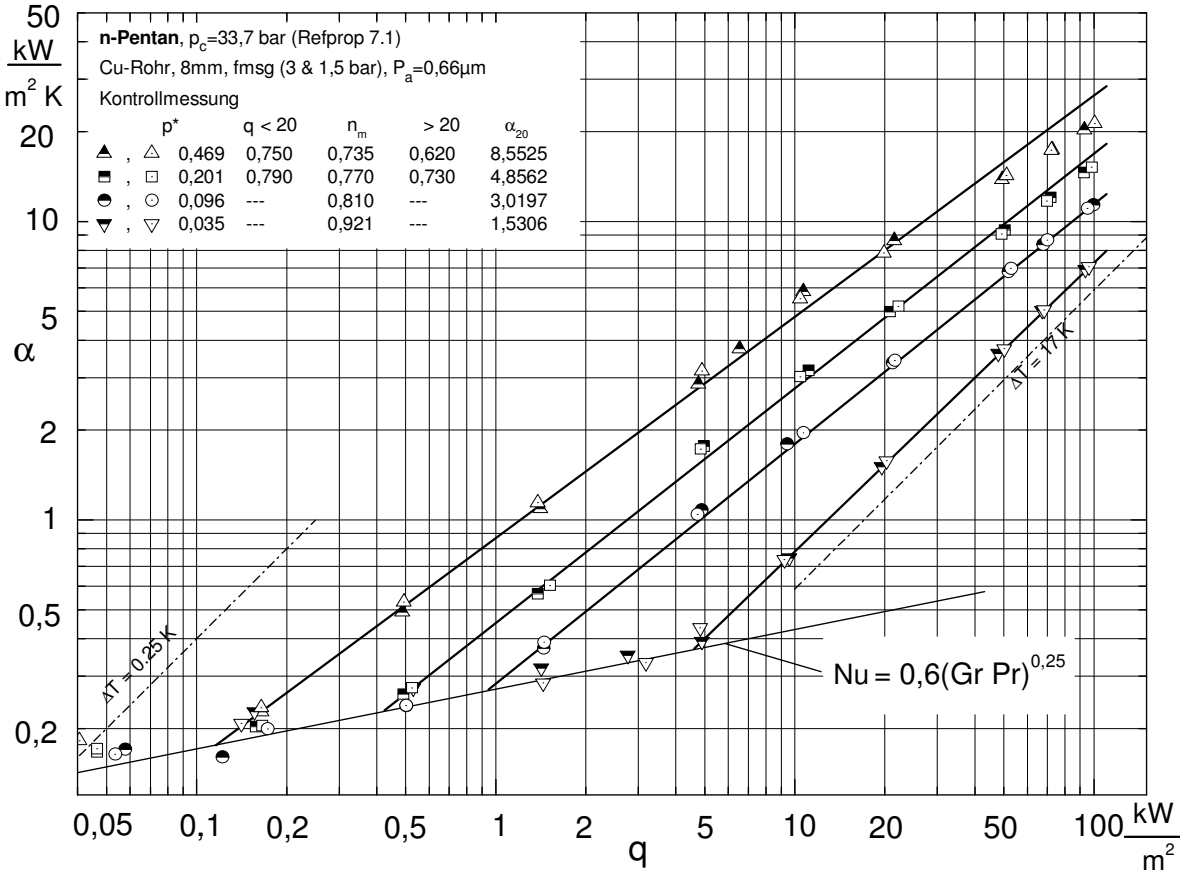


Bild 4.3: Kontrollmessung: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan.

4.2 Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich des Blasensiedens und Wärmeübergangsmessungen im Bereich der freien Konvektion für n-Hexadekan

Um die bekannten Korrelationen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangskoeffizienten für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch anwenden zu können, wurden für bestimmte normierte Drücke (p* = 0,035 sowie 0,1 und 0,2) die Werte des Wärmeübergangskoeffizienten von reinem n-Hexadekan berechnet. Für eine Anwendung des VDI-Wärmeatlas-Ansatzes wird der Normierungswert α_0 für Hexadekan benötigt. Nach /11/ kann der fluid-spezifische Normierungswert $\alpha_{0,}$ der als Gerade in Bild 4.4 dargestellt ist, über die Beziehung

$$\alpha_0 = A \cdot \left[\left(\partial p / \partial T \right) / \sigma \right]^m_{DDK, p^*_{0,1}} \tag{4.5}$$

berechnet werden. Die Anpassparameter A = 3,60 und m = 0,60 aus Gleichung 4.5 sind an experimentelle Daten der Kohlenwasserstoffe aus /11/ (ausgefüllte Kreise in Bild 4.4) angepasst worden.

Nach der Zustandsgleichung von Ridel aus Dauber-Danner /37/ für Hexadekan sind die Steigung der Dampfdruckkurve und die Oberflächenspannung bei dem normierten Druck p^* = 0,1 berechnet worden; anschließen ist nach Beziehung 4.5 der Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{0,C_{16}H_{34}} = 2{,}3$ kW/m^{2}K errechnet worden. Der berechnete Wärmeübergangskoeffizient ist im unteren Diagramm in Bild 4.4 eingezeichnet.

Nachdem der Wärmeübergangskoeffizient α_0 für n-Hexadekan bestimmt worden ist, kann der Ansatz aus dem VDI-Wärmeatlas angewandt werden, um die benötigten Werte des Wärmeübergangskoeffizienten zu berechnen. In Bild 4.5 sind in der doppeltlogarithmischen Darstellung für die normierten Drücke p^* = 0,2 sowie 0,1 und 0,035 die gerechneten Werte dargestellt. Im Bereich der einphasigen freien Konvektion bei T_s = 106°C ist der Wärmeübergangskoeffizient experimentell bestimmt und in Bild 4.5 in das Diagramm (volle Symbole) eingetragen worden.

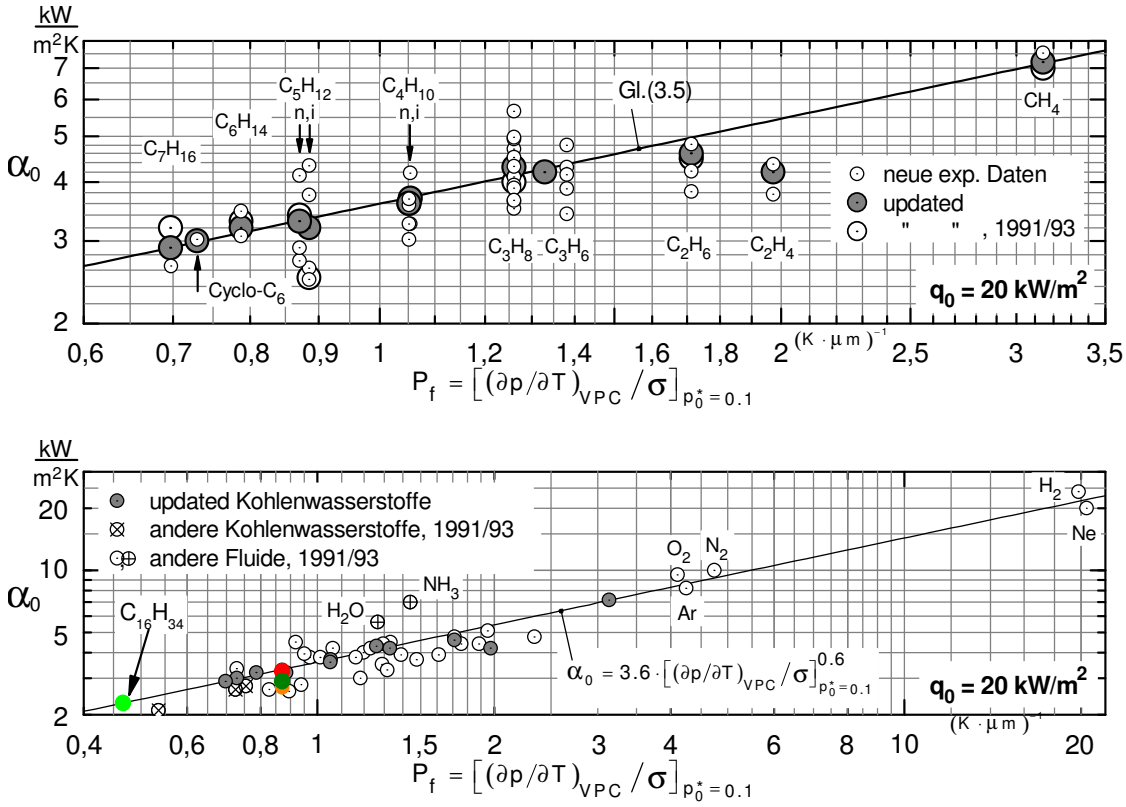


Bild 4.4: Relative Druckabhängigkeit des fluid-spezifischen Normierungswertes α_0 als Funktion des Stoffwert-Parameters P_f aus /12/.

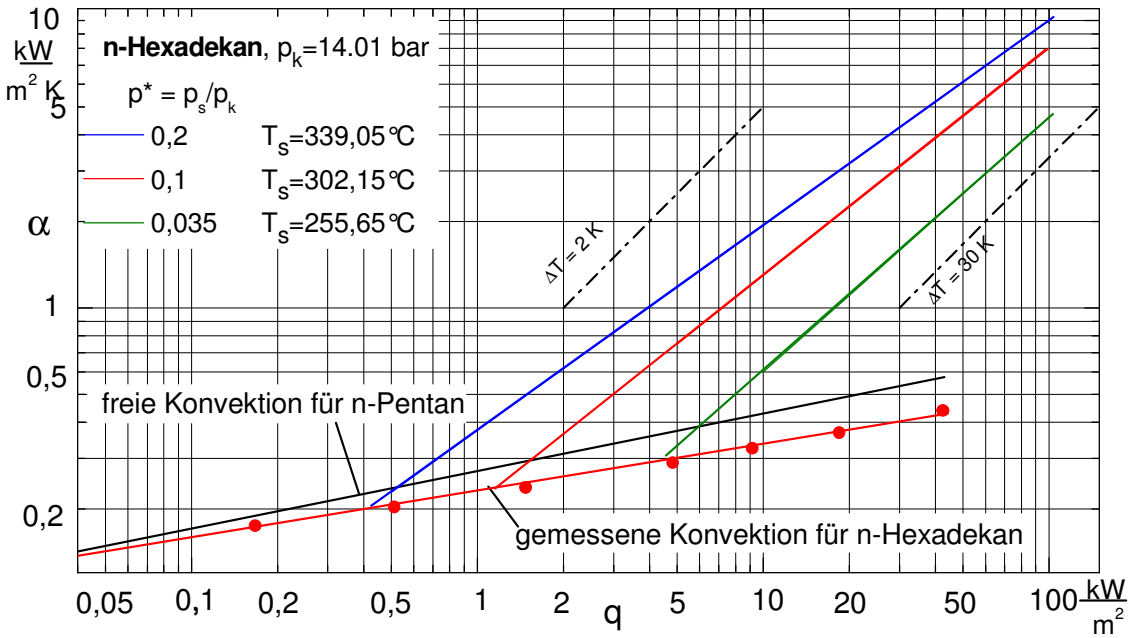


Bild 4.5: Berechneter Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q für verschiedene normierte Drücke (nach /1/) und Wärmeübergangskoeffizienten der gemessenen freien Konvektion von Hexadekan.

5. Messergebnisse und Stoffdatenberechnung für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch

Mit den hier vorgestellten Ergebnissen für das Stoffsystem n-Pentan/n-Hexadekan wurde erstmals ein binäres Gemisch mit einer Differenz der Normalsiedetemperaturen von etwa $\Delta T_{SN} \cong 250$ K systematisch experimentell untersucht. In der Literatur existierten experimentelle Daten nur für Gemische mit Normalsiedetemperaturdifferenzen von maximal $\Delta T_{SN} \cong 132$ K /4/, /20/. Die experimentellen Untersuchungen sollen zum besseren Verständnis des Wärmeübergangs beim Sieden von Kältemittel/Öl-Gemischen beitragen, insbesondere sind sie aber für das Verständnis der weitsiedenden hochviskosen Gemische, die im zweiten Teil der Arbeit behandelt werden, unerlässlich.

5.1 Wärmeübergangsmessungen für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch

Wärmeübergangsmessungen für n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische sind bei elf verschiedenen Zusammensetzungen (siehe Tabelle 2.1) durchgeführt worden. Jedes Gemisch ist bei jeweils drei verschiedenen Siedetemperaturen (41°C / 76°C / 106°C) untersucht worden, wobei die Wärmestromdichten von 0,05 kW/m^2 bis etwa 100 kW/m^2 variierten.

Während der Messungen sind Hochgeschwindigkeitsaufnahmen der Blasenbildung am Versuchsrohr gemacht worden. Die Hochgeschwindigkeitsaufnahmen und die Messergebnisse haben gezeigt, dass bis zu einer molaren n-Hexadekan-Konzentration von 23,10% Blasensieden beobachtet werden konnte. Bei höheren Konzentrationen (ab 41,80%) konnte auch bei der höchsten Siedetemperatur und unter Einsatz einer Vakuumpumpe kein stabiles Blasensieden mehr eingestellt werden. Der Wärmeübergang erfolgte in diesen Fällen durch rein konvektives Sieden ohne Phasenwechsel direkt an der Heizfläche. Höhere Siedetemperaturen wurden nicht untersucht, um bei den zum Teil erheblichen Überhitzungen der Rohroberfläche das Versuchsrohr nicht zu gefährden.

In den Bildern 5.1 bis 5.4 sind die Ergebnisse der Messungen für n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische in der üblichen doppeltlogarithmischen Darstellung

aufgetragen. Bereits bei kleinen Konzentrationen an n-Hexadekan (ca. 1,14 Mol-%), das als im Vergleich zu n-Pentan als schwer siedende Komponente dient, kommt es, zu einem massiven Anstieg der Temperaturdifferenz zwischen der Heizfläche und der siedenden Flüssigkeit und somit zu einer Verschlechterung des Wärmeübergangs. Dabei ist die Verschlechterung bei höheren Siedetemperaturen stärker ausgeprägt als bei den niedrigen Siedetemperaturen (Vergleiche reines n-Pentan Bild 4.3 und 5.3). Bei einer Wärmestromdichte von q = 100 kW/m^2 und einer Siedetemperatur von 106°C sinkt der Wärmeübergangskoeffizient im Vergleich zu reinem n-Pentan um ca. 50 %, bei niedrigeren Siedetemperaturen (T_s = 41°C) und gleicher Wärmestromdichte von ca. 43%.

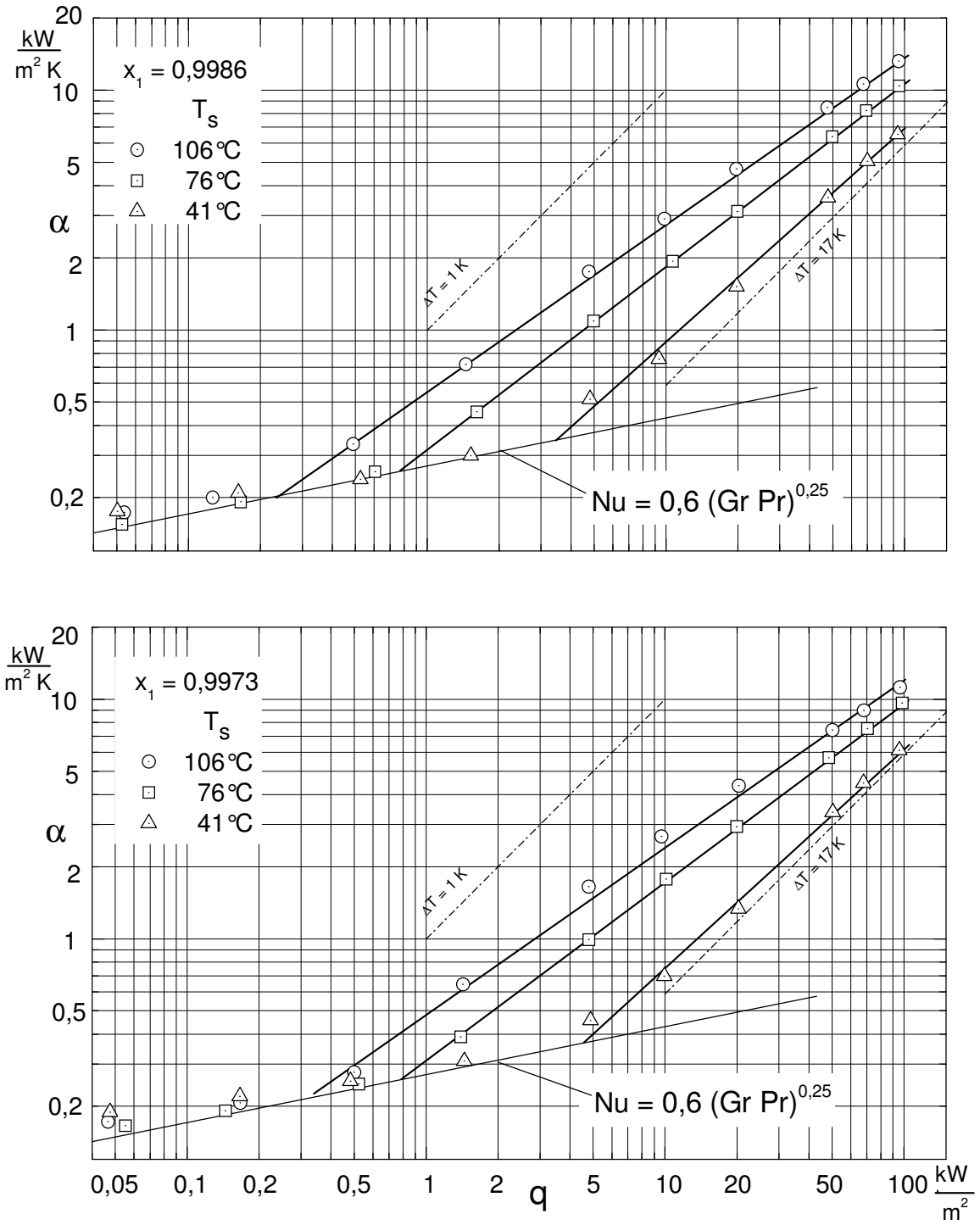


Bild 5.1: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan/n-Hexadekan für x_1 = 99,86 % (oben) und x_1 = 99,73 % (unten).

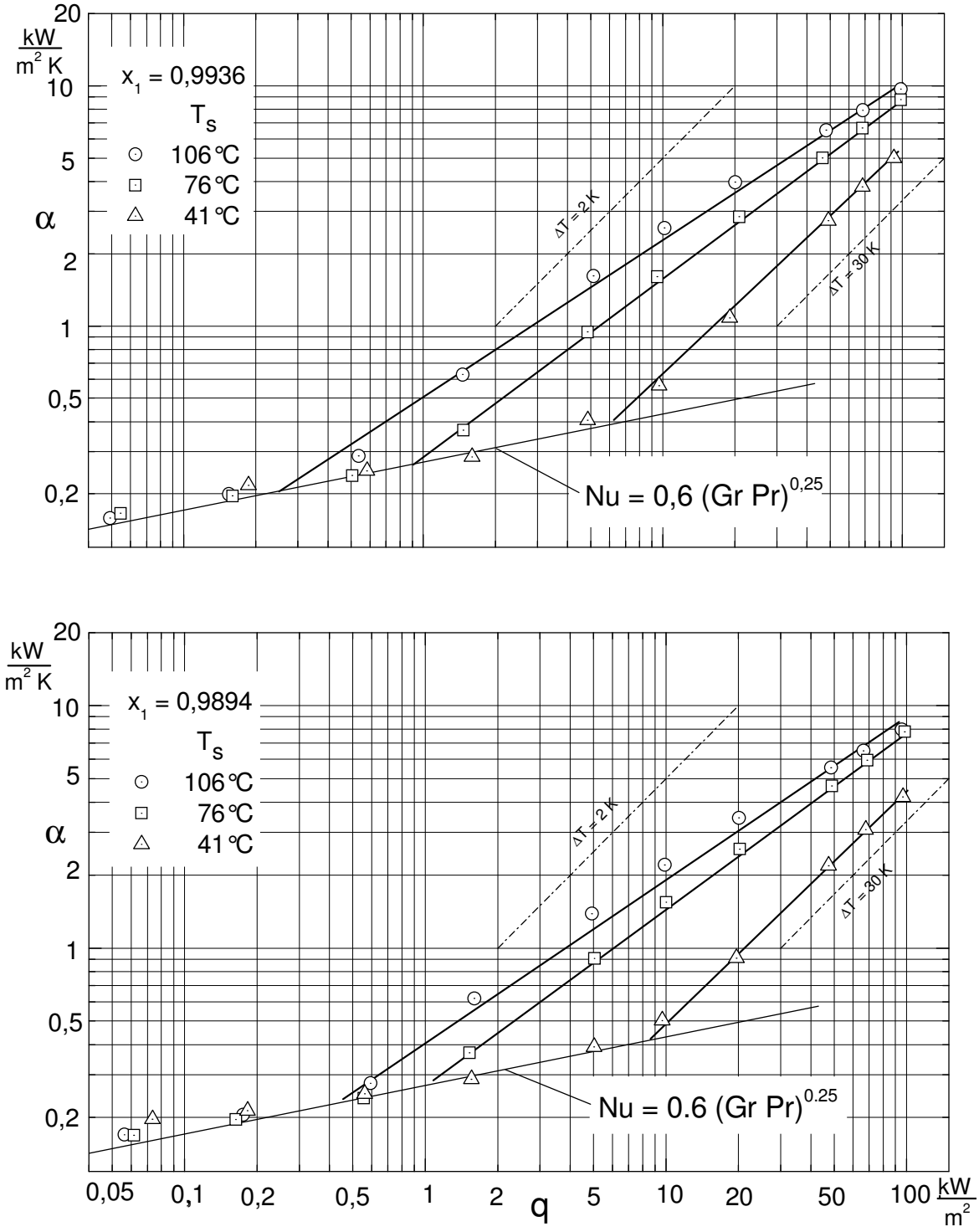


Bild 5.2: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan/Hexadekan für x_1 = 99,36 % (oben) und x_1 = 98,94 % (unten).

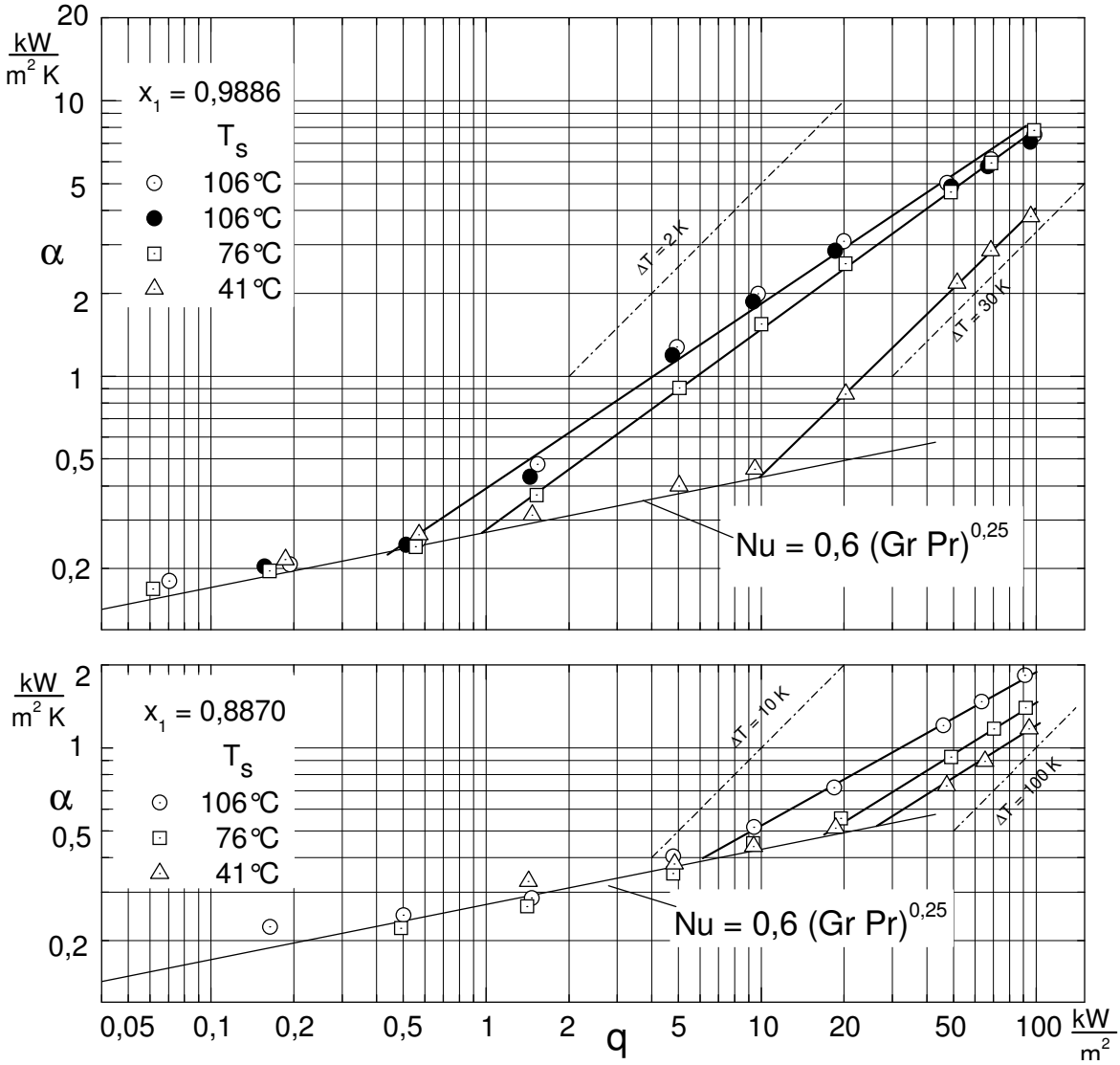


Bild 5.3: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan/n-Hexadekan für x_1 = 98,86 % (oben) und x_1 = 88,70 % (unten), Wiederholungsmessung gefüllte Symbole.

Für das Gemisch mit einem n-Hexadekan-Anteil von 23,1 %, einer Siedetemperatur von 41 °C und einer Wärmestromdichte von 100 kW/m^2 werden Überhitzungen der Heizfläche von bis zu 100 K gemessen, und der Wärmeübergangskoeffizient überschreitet trotz ausgeprägten Blasensiedens kaum 1 kW/(m^2 K). Wenn man denselben Zustand für reines n-Pentan betrachtet, stellt man fest, dass die Temperaturdifferenzen ca. 13 K betragen, was bedeutet, dass der Wärmeübergangskoeffizient um das Siebenfache gesunken ist. Der Unterschied zwischen den Wärmeübergangskoeffizienten beim konvektiven Sieden und beim Blasensieden sinkt selbst bei Wärmestromdichten von über 50 kW/m^2 auf einen Wert < 2 (vergleiche Bilder 5.3 unten und 5.4, oberes Diagramm).

Wie bereits im Kapitel 2 beschrieben, ist das beim Sieden reiner Stoffe übliche und bekannte Verhalten, dass es bei steigender Siedetemperatur gleichzeitig zu einer Verbesserung des Wärmeübergangskoeffizienten kommt und dass die Messergebnisse in doppeltlogarithmischer Auftragung mit einer Ausgleichsgerade verbunden werden können. Diese Aussage trifft nicht generell für weitsiedende Gemische zu. Bei diesen kann der gegenteilige Effekt eintreten, dass nämlich der Wärmeübergangskoeffizient bei steigender Siedetemperatur / normiertem Druck kleiner wird /4/.

Aus den für n-Pentan / Hexadekan vorgestellten Messergebnissen wird deutlich, dass bei x_1 = 98,86 %, T_s = 106°C und einer Wärmestromdichte ab q > 70 kW/m^2 (Bild 5.3 oberes Diagramm) der Wärmeübergangskoeffizient kleiner ist als bei einer Siedetemperatur von T_s = 76°C und q > 70 kW/m^2 und dass die Messergebnisse für dieses Gemisch recht gut mit einer Ausgleichsgerade in der doppeltlogarithmischen Auftragung verbunden werden können.

.

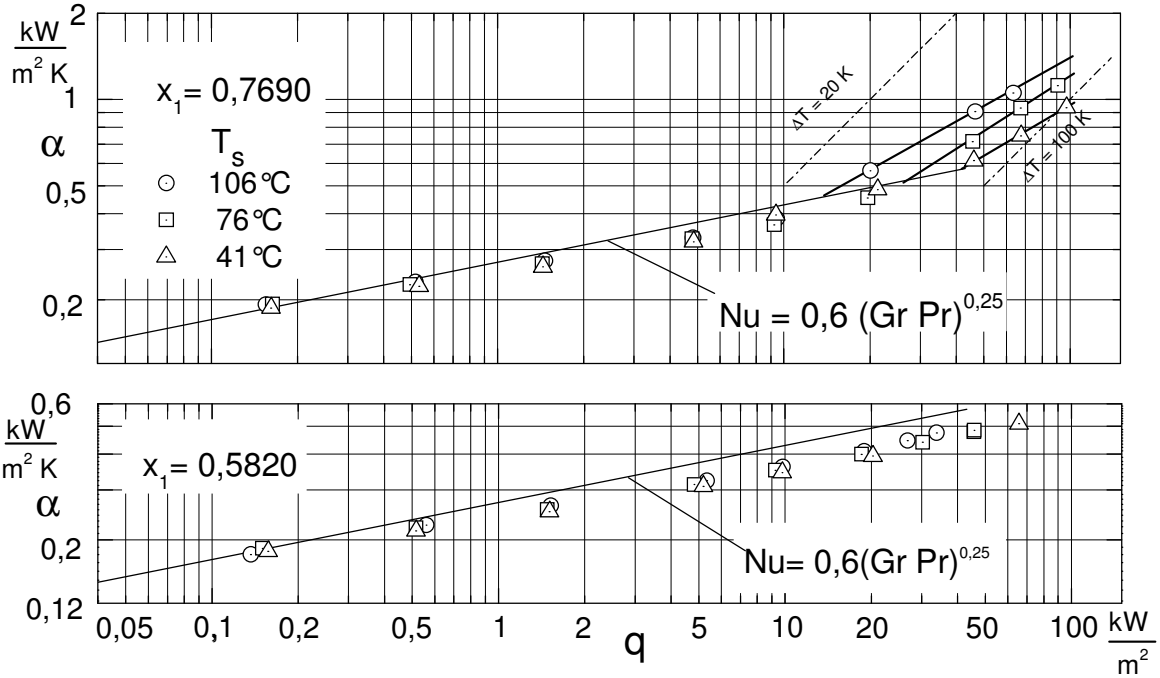


Bild 5.4: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan / n-Hexadekan für x_1 = 76,90 % (oben) und x_1= 58,20 % (unten).

5.2 Stoffdatenberechnung für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch

Für das Stoffsystem n-Pentan/n-Hexadekan sind in der Tabelle 5.1 die Molenbrüche der gemessenen Konzentrationen, die kritischen Daten und die untersuchten Druckbereiche der normierten Drücke zusammengestellt. Um die experimentellen Messdaten des Gemisches in der üblichen Auftragung, bei konstanten normierten Drücken, interpretieren zu können, müssen die Daten auf die entsprechenden normierten Drücke extrapoliert bzw. interpoliert werden ($p^* = 0{,}035$ sowie 0,1 und 0,2).

Der normierte Druck wird aus dem Verhältnis des Siededrucks zum kritischen Druck ($p^* = p_s/p_k$) gerechnet. Die Abhängigkeit des kritischen Drucks von der Zusammensetzung eines binären Gemischs wird von der Korrelation von Joffe-Zudkewich /38/ beschrieben. Für die Anpassung der Korrelation von Joffe-Zudkevich sind die kritischen Messdaten für das Gemisch aus der „Dortmund Data Bank“ (kurz DDB) /39/ benutzt worden. In Bild 5.5 ist die Abhängigkeit des kritischen Drucks von der Zusammensetzung des n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisches dargestellt.

Tabelle 5.1: Eigenschaften der untersuchten binären Stoffgemische und Zustandsbereich der Messungen

Stoffpaar	x_1	p_k	normierter Drücke		
	Mol %	bar	$p^*(x_1;Ts_1)$	$p^*(x_1;Ts_2)$	$p^*(x_1;Ts_3)$
n-Pentan/n-Hexadekan $\Delta T_{S,N} = 250{,}1$ K	99,86	34,05	0,194	0,099	0,036
	99,73	34,38	0,193	0,093	0,034
	99,36	35,30	0,188	0,092	0,033
	98,94	36,30	0,185	0,088	0,032
	98,86	36,49	0,185	0,090	0,048
	88,70	50,32	0,116	0,058	0,020
	76,90	49,65	0,104	0,052	0,019

Um die Wärmeübergangskoeffizienten auf die benötigten normierten Drücke umrechnen zu können, werden die α-Werte bei einer konstanten Wärmestromdichte von q = 20 kW/m^2 gemessen und über dem gemessenen normierten Druck aufgetragen (Bild 5.6 unten). Mit Hilfe einer Interpolationslinie sind die α-Werte verbunden, woraus die α-Werte und die Steigung der

Ausgleichsgerade für die benötigten normierten Drücke (p* = 0,035 sowie 0,1 und 0,2) entnommen werden können. In Bild 5.6 (oberes Diagramm) ist die Steigung der Ausgleichsgerade der Messwerte über den normierten Druck aufgetragen.

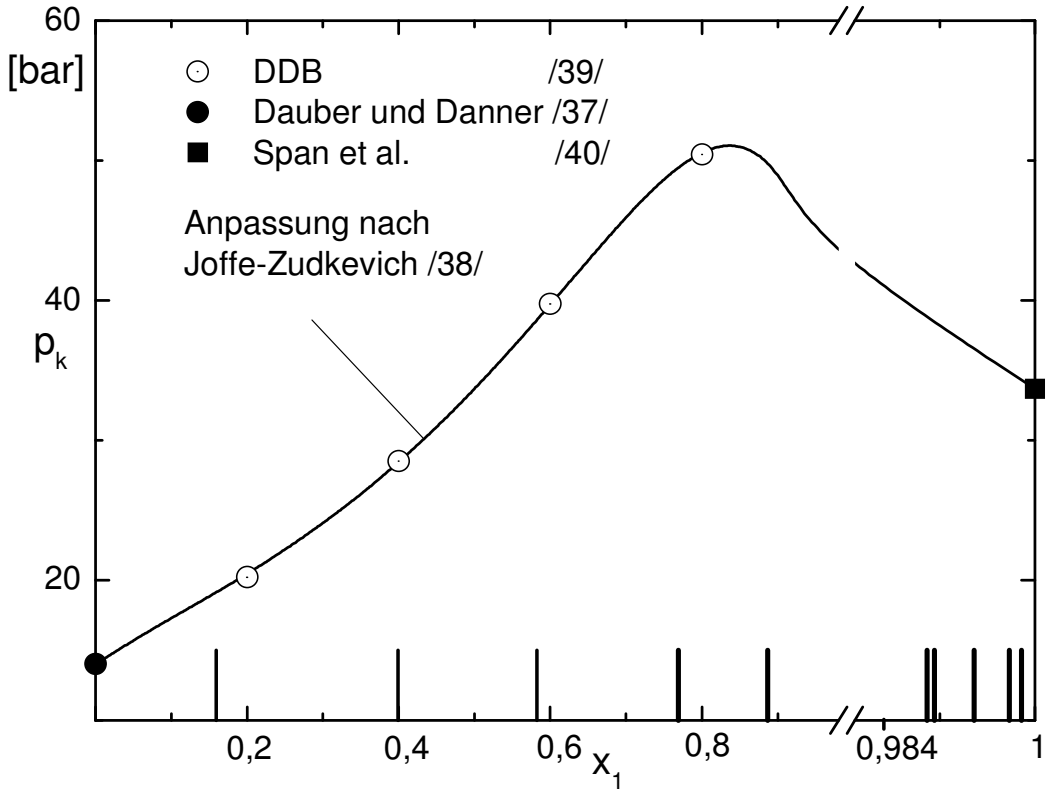


Bild 5.5: Kritischer Druck in Abhängigkeit vom Molenbruch x_1 für n-Pentan/n-Hexadekan-Gemische.

Wenn die Änderungen der Wärmeübergangskoeffizienten einer Messreihe auf einer Ausgleichgerade liegen und der dazugehörige α-Wert bekannt ist, in diesem Falle 20 kW/m^2, kann über den Ansatz $\alpha \sim A^* q^{n(p^*)}$ für jede beliebige Wärmestromdichte der Wärmeübergangskoeffizient berechnet werden. (Dies gilt nur im Bereich des Blasensiedens und für den Fall, dass die Ausgleichsgerade in der doppeltlogarithmischen Darstellung gerade verläuft, siehe Bilder 5.1-5.4).

Nur für die Zusammensetzungen mit $x_1 > 76{,}90$ Mol-% kann stabiles Blasensieden erreicht werden; für Konzentrationen $x_1 < 76{,}90$ Mol-% war es nicht möglich, das Versuchsrohr mit einer Druckabsenkung durch die Vakuumpumpe anzuregen, um stabile Blasenbildung zu erzeugen. Bei den Zusammensetzungen $x_1 < 76{,}90$ Mol% erfolgte die Wärmeübertragung im Bereich der freien Konvektion ohne Phasenwechsel an der Heizfläche; aus diesem Grund werden sie hier nicht betrachtet.

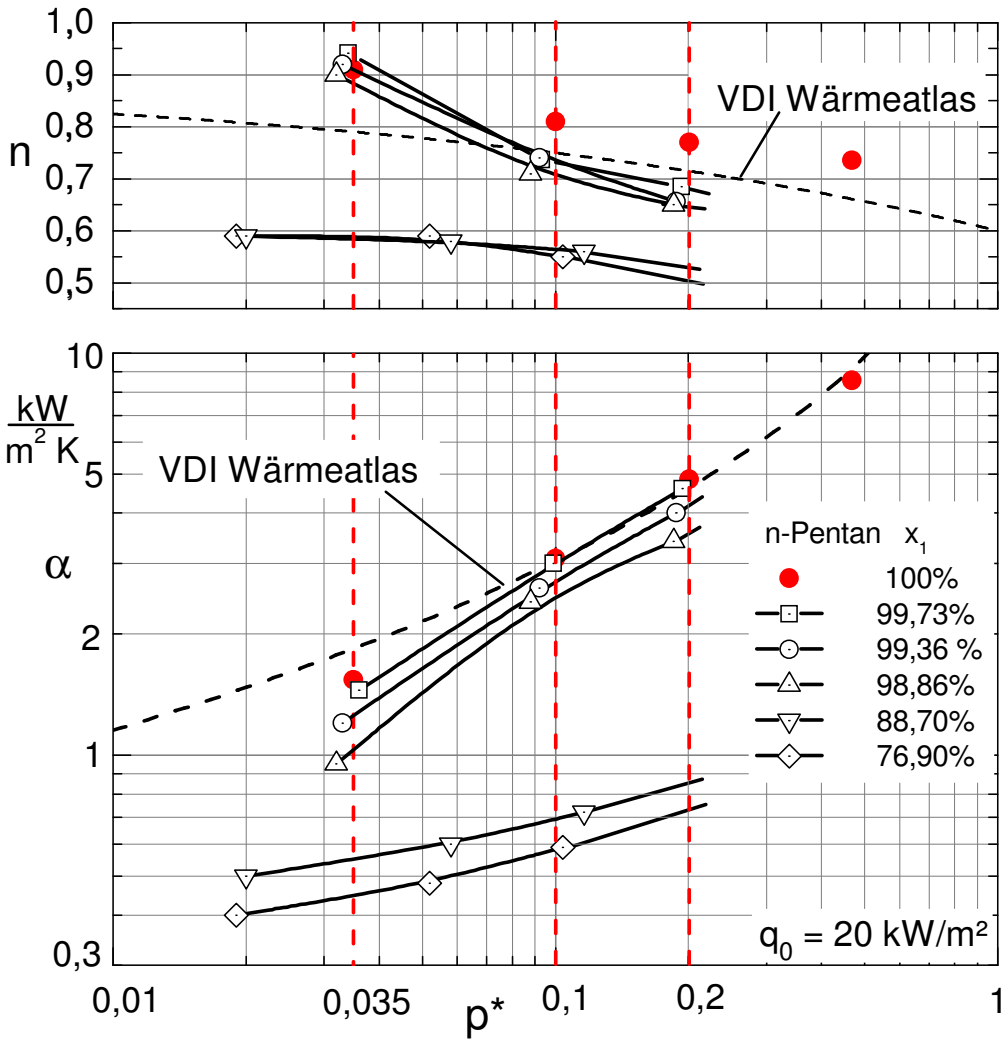


Bild 5.6: Wärmeübergangskoeffizient bei q = 20 kW/m^2 in Abhängigkeit vom normierten Druck für verschiedene Zusammensetzungen von n-Pentan / n-Hexadekan-Gemischen.

In Tabelle 5.2 sind die gerechneten Stoffdaten, die für die Anwendung der Korrelationen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangs benötigt werden, aufgeführt. Die ausgewählten Korrelationen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangs sollen im nächsten Abschnitt vorgestellt werden. Für die Berechnung der Stoffdaten für die reinen Stoffe ist für n-Pentan die Zustandsgleichung von Span et al. /40/, die in Refprop 8.0 /41/ eingebunden ist, benutzt worden; für n-Hexadekan die Ridel-Gleichung aus Dauber-Danner /37/. Die Gleichgewichtsdaten für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch wurden aus der DDB beschafft /39/, wobei für das vorliegende Gemisch das PSRK2-Modell benutzt wurde /42/.

Tabelle 5.2: Berechnete Stoffdaten für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch

p_s	x_1	y_1	T_{S1}	T_{S2}	ΔT_{BP}	Δh_v	ρ_v	ρ_l
[bar]	[Mol %]	[Mol %]	[K]	[K]	[K]	[kJ/kg]	[kg/m^3]	[kg/m^3]
6,810			378,08	666,00	42,0	287,25	18,58	529,99
3,405	0,9986	0,9990	349,70	623,00	52,0	319,50	9,19	566,25
1,192			314,52	568,00	69,3	353,20	3,48	605,67
6,875			378,15	666,00	50,5	287,12	18,58	531,44
3,438	0,9973	0,9990	347,83	620,00	65,0	321,29	9,19	568,20
1,203			313,15	565,08	82,0	354,34	3,48	606,48
7,059			378,15	666,00	69,6	288,02	18,58	532,72
3,530	0,9936	0,9990	348,15	620,00	83,0	320,90	9,19	567,00
1,235			313,70	567,00	98,0	353,00	3,48	607,61
7,261			379,04	668,00	82,3	285,89	18,58	528,32
3,630	0,9893	0,9990	348,66	621,00	93,0	319,64	9,19	566,71
1,271			326,58	567,00	109,0	353,69	3,48	606,26
10,064			398,00	700,00	152,0	230,83	18,58	428,26
5,032	0,8870	0,9990	366,00	647,00	156,0	285,00	9,19	566,71
1,761			327,00	585,00	162,0	330,00	3,48	606,37
9,929			397,00	695,00	175,0	250,00	18,58	525,10
4,965	0,7690	0,9990	365,00	646,00	175,0	284,00	9,19	530,99
1,738			327,00	585,00	177,0	319,00	3,48	565,00

6. Vergleich der experimentellen und der berechneten Wärmeübergangskoeffizienten beim Gemischsieden

6.1 Ausgewählte Korrelationen

In der Literatur existieren zahlreiche Korrelationen zur Vorausberechnung des Wärmeübergangs beim Sieden binärer Gemische, die meist an eine begrenzte Zahl von Messwerten angepasst worden sind. Dabei sind zu unterscheiden Korrelationen für Kältemittel-Gemische, die in der Arbeit von Köster /3/ zusammengefasst worden sind, und für Kältemittel/Öl-Gemische, die sich in der Arbeit von Mohrlok et al. /5/ finden. Die Korrelationen für Kältemittel/Öl-Gemische werden bis zu max. 10 Massenprozent Öl angewendet, während die für Kältemittel-Gemische den gesamten Konzentrationsbereich abdecken.

Für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch werden Modelle ausgewählt, die den gesamten Konzentrationsbereich abdecken, und in zwei Gruppen aufgeteilt. In die erste Gruppe fallen Modelle, die insbesondere von der Temperaturdifferenz ΔT_{BP} zwischen Taulinie und Siedelinie bei konstanter Zusammensetzung abhängen. Diese Vorgehensweise beruht auf der Tatsache, dass es in der Nähe der Heizfläche zu einer Anreicherung der schwer siedenden Komponente kommt und somit die wirksame Temperaturdifferenz ΔT sich auf die effektive Temperaturdifferenz ΔT_{eff} verringert. Das bedeutet, dass es zu lokalen Verschiebungen der Siedetemperatur kommt. Die Temperatur, bei der an der Heizoberfläche Blasen gebildet werden können, steigt an.

Bei der zweiten Gruppe der Modelle wird ebenfalls davon ausgegangen, dass die Temperaturdifferenz ΔT auf die effektive Temperaturdifferenz ΔT_{eff} korrigiert werden muss, die als treibende Kraft der Wärmeübertragung betrachtet wird. Der Korrekturanteil der Temperaturdifferenz ΔT hängt hauptsächlich von der Konzentrationsdifferenz $(y_1 - x_1)$ zwischen Dampf und Flüssigkeit der leichter siedenden Komponente ab (Bild 6.1 unten).

In den beiden Diagrammen In Bild 6.1 sind für zwei verschiedene Zustände die realen Siede- und Taulinien für das Gemisch n-Pentan / n-Hexadekan dargestellt. Für eine anschauliche Illustration sind sowohl Daten, die mit den zwei Korrelationen berechnet worden sind, als auch die experimentellen Daten eingezeichnet.

Wie bereits erwähnt führt die lokale Erhöhung der Siedetemperatur von T_s auf $T_{s,w}$ zu einer Verringerung der Temperaturdifferenz $\Delta T = T_w - T_s(x_1)$ auf die effektive Temperaturdifferenz $\Delta T_{eff} = T_w - T_{s,w}$ und somit zu einer Verschlechterung des

Wärmeübergangs. Mit dem Punkt A in dem oberen Diagramm ist die lokale Verschiebung der Siedetemperatur, die von ΔT_{BP} abhängt /23/, eingezeichnet und mit Punkt B in den unteren Diagramm ist die lokale Verschiebung der Siedetemperatur, die von der Konzentrationsdifferenz $(y_1 - x_1)$ abhängig /21/ gerechnet ist, dargestellt. (Aus der Berechnung folgt $T_a = T_{s,w} > T_w$, d.h. in diesem Fall wäre $\Delta T_{eff} < 0$ und Blasensieden würde nicht auftreten.)

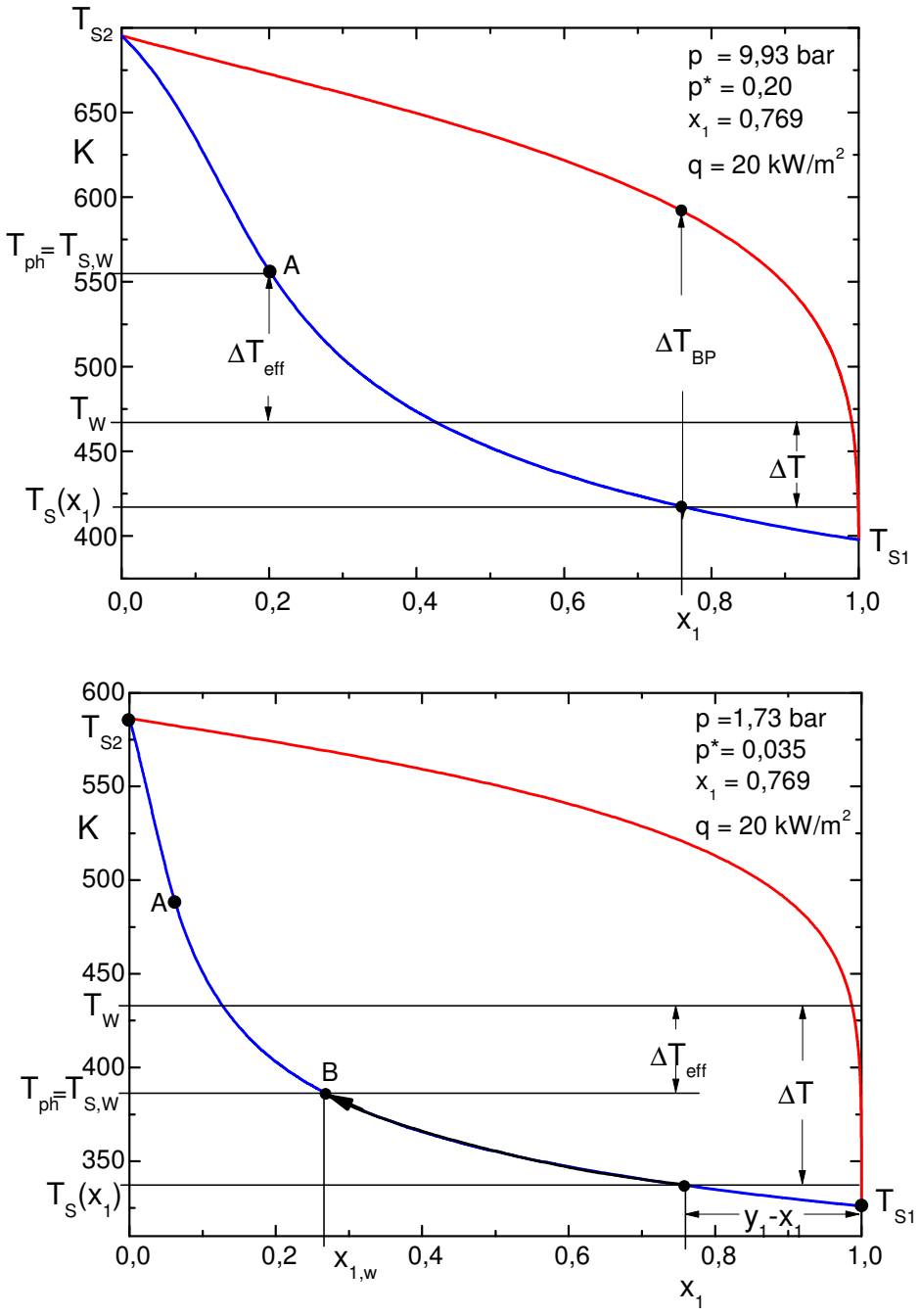


Bild 6.1: Siedelinsen für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch bei zwei verschiedenen Drücken mit eingezeichneten realen Daten für zwei verschiedene Modellannahmen /21/, /23/.

Im Folgenden werden drei weit verbreitete Ansätze zur Beschreibung siedender Gemische kurz vorgestellt und mit den experimentellen Ergebnissen für n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische verglichen. Für die Anwendung der Ansätze werden die Stoffdaten aus Tabelle 5.2 angewandt. Anschließend werden die Modelle miteinander verglichen und diskutiert. Im Folgenden werden drei weit verbreitete Ansätze zur Beschreibung siedender Gemische kurz vorgestellt und mit den experimentellen Ergebnissen für n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische verglichen. Für die Anwendung der Ansätze werden die Stoffdaten aus Tabelle 5.2 angewandt. Anschließend werden die Modelle miteinander verglichen und diskutiert.

Das Modell von Schlünder /**21**/ basiert auf der Theorie, dass bei der Verdampfung eines binären Gemisches die Flüssigkeit in der Nähe der Heizfläche an leichter siedender Komponente verarmt, wodurch es zu einer Verschiebung der Konzentration kommt (Anreicherung der schwer siedenden Komponente). Die Gleichung nutzt den Verlauf der Siedelinse mit der Annahme, dass die Konzentrationsdifferenz (y_1 - x_1) bei einer lokalen Verschiebung der Konzentration konstant bleibt. Der in dieser Gleichung (6.2) enthaltene Parameter B_0 ermöglicht eine Anpassung an die Messwerte:

$$\frac{\alpha_{mix}}{\alpha_{id,T}} = \left(1 + \left\{\frac{\left(T_{ph} - T_S\right)}{\Delta T_{id}}\right\}\right)^{-1} \tag{6.1}$$

$$T_{ph} - T_S \approx \left(1 - \exp\left(-\frac{B_0 \cdot q}{\rho_l \cdot \Delta h_v \cdot \beta_l}\right)\right) \cdot \sum_i T_{Si}(y_i - x_i) \tag{6.2}$$

$$\frac{1}{\alpha_{id,T}} = \left(\frac{x_1}{\alpha_1}\right) + \left(\frac{x_2}{\alpha_2}\right) \tag{6.3}$$

$$\Delta T_{id} = x_1 \cdot \Delta T_1 + (1 - x_1) \cdot \Delta T_2 \tag{6.4}$$

In den oben aufgeführten Gleichungen sind T_{S1} und T_{S2} die Siedetemperaturen der reinen Komponenten bei dem entsprechenden Siededruck. Die anderen Größen ρ_l, β_l, Δh_v sind die Mittelwerte der Mischungspaare für die Dichte der Flüssigkeit, den flüssigkeitseitigen Stoffübergangskoeffizienten sowie die molare

Verdampfungsenthalpie. Der ideale Wärmeübergangskoeffizient und die ideale Temperaturdifferenz werden aus den Daten für die reinen Stoffe und der molaren Zusammensetzung errechnet. Der von Schlünder angesetzte Wert für den Stoffübergangskoeffizienten $\beta_l = 2*10^{-4}$ m/s wurde für diese Arbeit unverändert übernommen. Die Zusammensetzung der Flüssigkeit und des Dampfes sind mit Hilfe der thermogravimetrischen Analyse bestimmt worden (siehe Kapitel 3.6).

Das Modell von Jungnickel et al. /**24**/ beruht wie das Modell von Schlünder auf der Konzentrationsdifferenz in der Flüssig- und Dampfphase der leichter siedenden Komponente. Dieser Ansatz verfügt ebenfalls über einen Anpassparameter K_0, der in Gleichung 6.5 zu finden ist, der aber nach Jungnickel et al. in der Form eines Diagramms in Abhängigkeit vom Abstand der Normalsiedetemperatur der jeweiligen Gemische aufgetragen ist. Allerdings basiert die Entwicklung dieses Diagramms auf Stoffpaarungen, deren Normalsiedetemperaturdifferenz 80 K nicht überschreitet. Beim n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch beträgt der Abstand der Normalsiedetemperatur wie bereits erwähnt 250 K. Aus diesem Grund wird eine Anpassung des Parameters K_0 vorgenommen. Bei Gleichung 6.6 wird mit einer linearen Mittelung des mittleren Wärmeübergangs-koeffizienten gerechnet. Die Größen ρ_v und ρ_l sind die Mittelwerte der Dichte in der Dampf- und Flüssigphase der Mischungspaare.

$$\frac{\alpha_{mix}}{\alpha_{id,m}} = \left(1 + K_0 \cdot \left|y_1 - x_1\right| \cdot \left(\frac{\rho_v}{\rho_l}\right) \cdot \dot{q}^{0,48+0,1 \cdot x_1}\right)^{-1} \tag{6.5}$$

mit

$$\alpha_{id,m} = \left(x_1 \cdot \alpha_1\right) + \left(x_2 \cdot \alpha_2\right) \tag{6.6}$$

Das Modell von Thome[1] **und Shakir 1987** /**23**/ gehört zur ersten Gruppe, wo die Temperaturdifferenz zwischen Taulinie und Siedelinie die entscheidende Rolle spielt. Die Grundgleichung 6.1 ist eigentlich dieselbe wie bei Schlünder /18/. Der

[1] In Rahmen einer Studienarbeit von Krokor /43/ wurde die Korrelation von Thome 1983 /22/ mit den experimentellen Ergebnissen bei n-Pentan / n-Hexadekan-Gemischen verglichen. Die Korrelation ergab sehr starke Abweichungen zwischen den gemessenen und den gerechneten Wärmeübergangskoeffizienten. Diese Korrelation findet sich ebenfalls in der Arbeit von Stier /4/ für das Methan/Ethan- Gemisch; sie zeigt eine sehr starke Abweichung des Wärmeübergangs-koeffizienten. Aus diesem Grund wurde dieser Ansatz nicht behandelt.

Unterschied liegt nur in der Definition der Temperaturdifferenz zwischen der Siedetemperatur und der Temperatur in der Nähe der Heizfläche, wo die Phasenumwandlung vom flüssigen Zustand zu Dampf stattfindet. Der ideale Wärmeübergangskoeffizient wird nach Gleichung 6.3 gerechnet und die ideale Temperaturdifferenz nach Gleichung 6.4, wie in dem Modell von Schlünder.

$$T_{ph} - T_s \approx \left(1 - \exp\left(-\frac{B_0 \cdot q}{\rho_\ell \cdot \Delta h_v \cdot \beta}\right)\right) \cdot \Delta T_{bp} \tag{6.7}$$

6.2 Vergleich der ausgewählten Korrelationen mit experimentellen Daten

Mit den vorliegenden Ergebnissen beim Blasensieden für das Stoffsystem n-Pentan / n-Hexadekan wird erstmals ein binäres Gemisch mit einer Differenz der Normalsiedetemperaturen von etwa $\Delta T_{SN} \cong 250$ K systematisch experimentell untersucht und mit den ausgewählten Korrelationen aus Abschnitt 6.1 verglichen. Bis dato existierten experimentelle Daten nur für Gemische mit Normalsiedetemperaturdifferenzen von maximal $\Delta T_{SN} \cong 88$ K für Kohlenwasserstoffe und $\triangle T_{SN} \cong 132$ K Ammoniak/Wasser, dieser Daten wurden mit den vorgestellten Korrelationen verglichen /4/, /20/.

In den Bildern 6.2 bis 6.5 sind die experimentellen und die gerechneten Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit von der Zusammensetzung aufgetragen. Jedes der Bilder besteht aus drei Diagrammen für die drei verschiedenen normierten Drücke $p^* = 0{,}2$ sowie 0,1 und 0,035 bei einer konstanten Wärmestromdichte.

Zusammenfassend lässt sich aussagen:

- Ein Vergleich der Messergebnisse mit existierenden Korrelationen für weitsiedende Gemische führt erwartungsgemäß nur teilweise zu befriedigenden Ergebnissen.
- Das Modell von Thome und Schakir gab bei allen normierten Drücken und Wärmestromdichten nicht einmal den Verlauf der Messdaten richtig wieder

(siehe auch /4/, /20/). Die gerechneten Wärmeübergangskoeffizienten ergaben schon bei einem geringen Anteil an n-Hexadekan eine sehr starke Verschlechterung des Wärmeübergangskoeffizienten. Der Grund ist ein sehr hoher Wert für ΔT_{bp} für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch (siehe Bild 6.1, oberes Diagramm). In Bild 6.1, unteres Diagramm, ist die Siedetemperatur-verschiebung nach diesem Modell mit Punkt A gekennzeichnet. Die Temperatur T_{ph} ist hier höher als die gemessene Heizwandtemperatur, was nicht realistisch ist.

- Das Modell von Jungnickel et al. ist den anderen beiden Korrelationen nur bei einer Wärmestromdichte von q = 70 kW/m^2 und einem normierten Druck von p* = 0,035 klar überlegen. Der Anpassparameter K_0 in der Gleichung 6.5 wird nicht nach dem Vorschlag von Jungnickel et al. als druckabhängig definiert. Die Folge ist, dass das Modell nur bei einem normierten Druck von p* = 0,1 über den gesamten Bereich der Wärmestromdichte den Verlauf quantitativ richtig wiedergibt (K_0 wurde bei einem mittleren normierten Druck p* = 0,1 und einer mittleren Wärmestromdichte q = 20 kW/m^2 angepasst).
- Das Modell von Schlünder, das bei einem normierten Druck von p* = 0,1 gibt als einzige Korrelation eine qualitativ gute Übereinstimmung der berechneten mit den experimentellen Daten richtig wieder und bei alle Wärmestromdichten (vgl. die mittleren Diagramme in den Bildern 6.2 bis 6.5). Aus Bild 6.6 wird deutlich, dass das Modell eine quantitativ gute Übereinstimmung mit den Verläufen der Messdaten über einen weiten Bereich des normierten Drucks und der Wärmestromdichte aufweist.

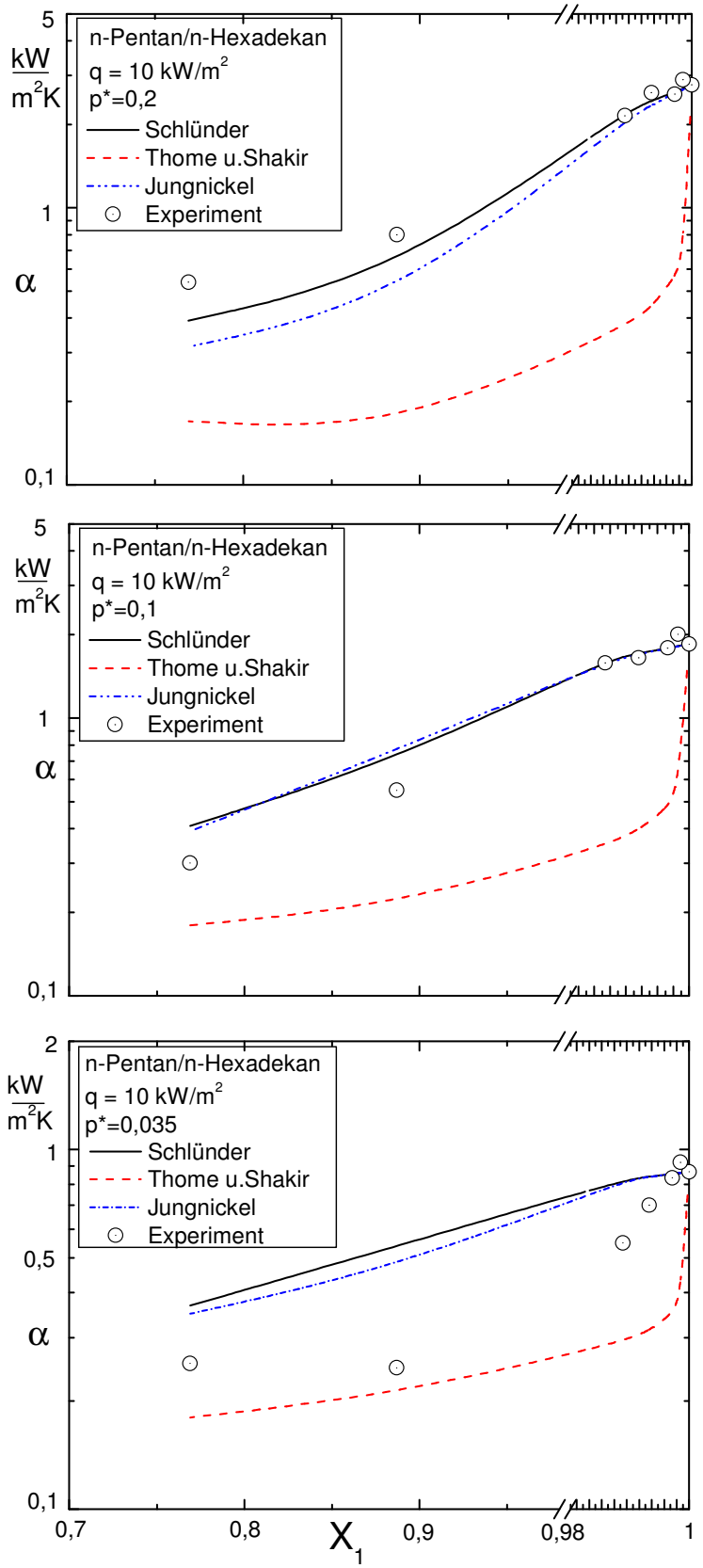


Bild 6.2: Vergleich der α-Werte für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch mit den Korrelationen aus den Gleichungen 6.1 bis 6.7 bei einer Wärmestromdichte von q = 10 kW/m² und drei verschiedenen normierten Drücken.

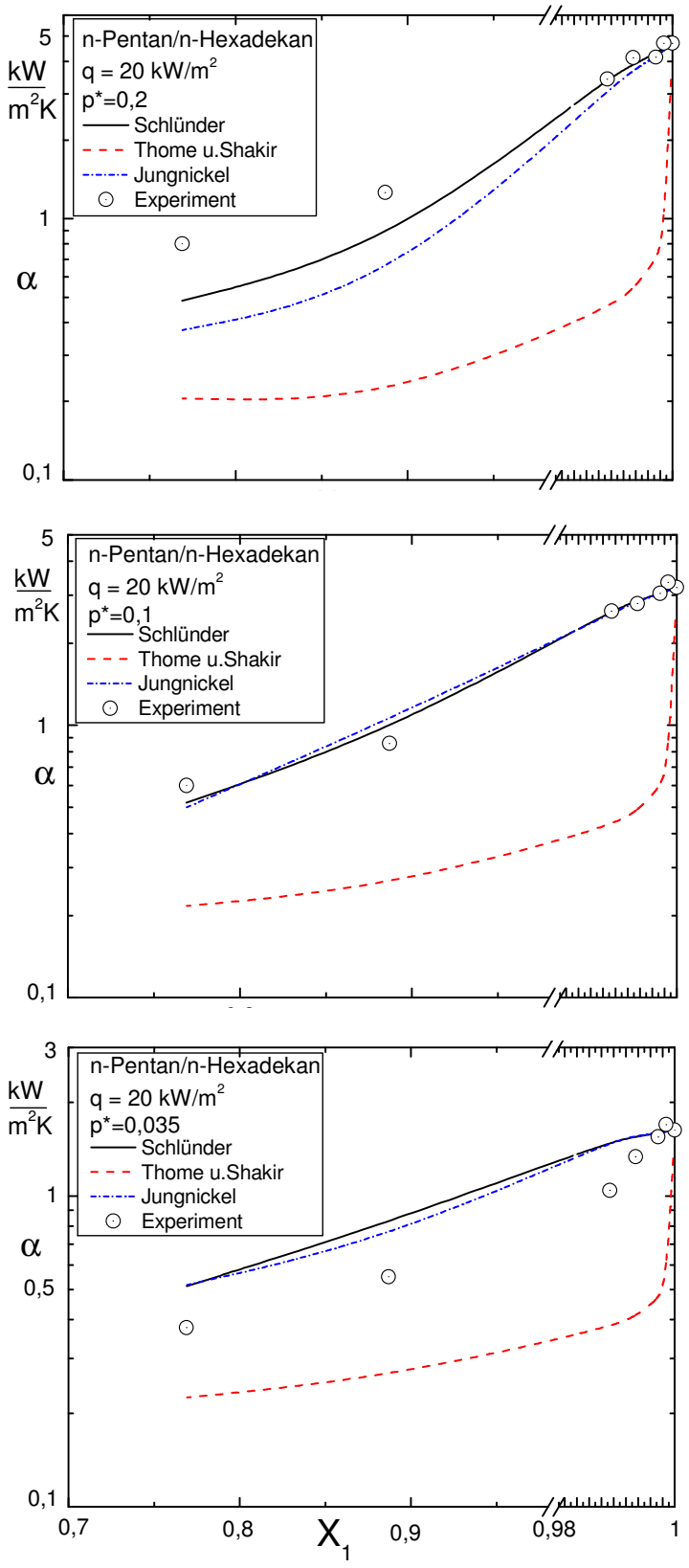


Bild 6.3: Vergleich der α-Werte für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch mit den Korrelationen aus den Gleichungen 6.1 bis 6.7 bei einer Wärmestromdichte von q = 20 kW/m² und drei verschiedenen normierten Drücken.

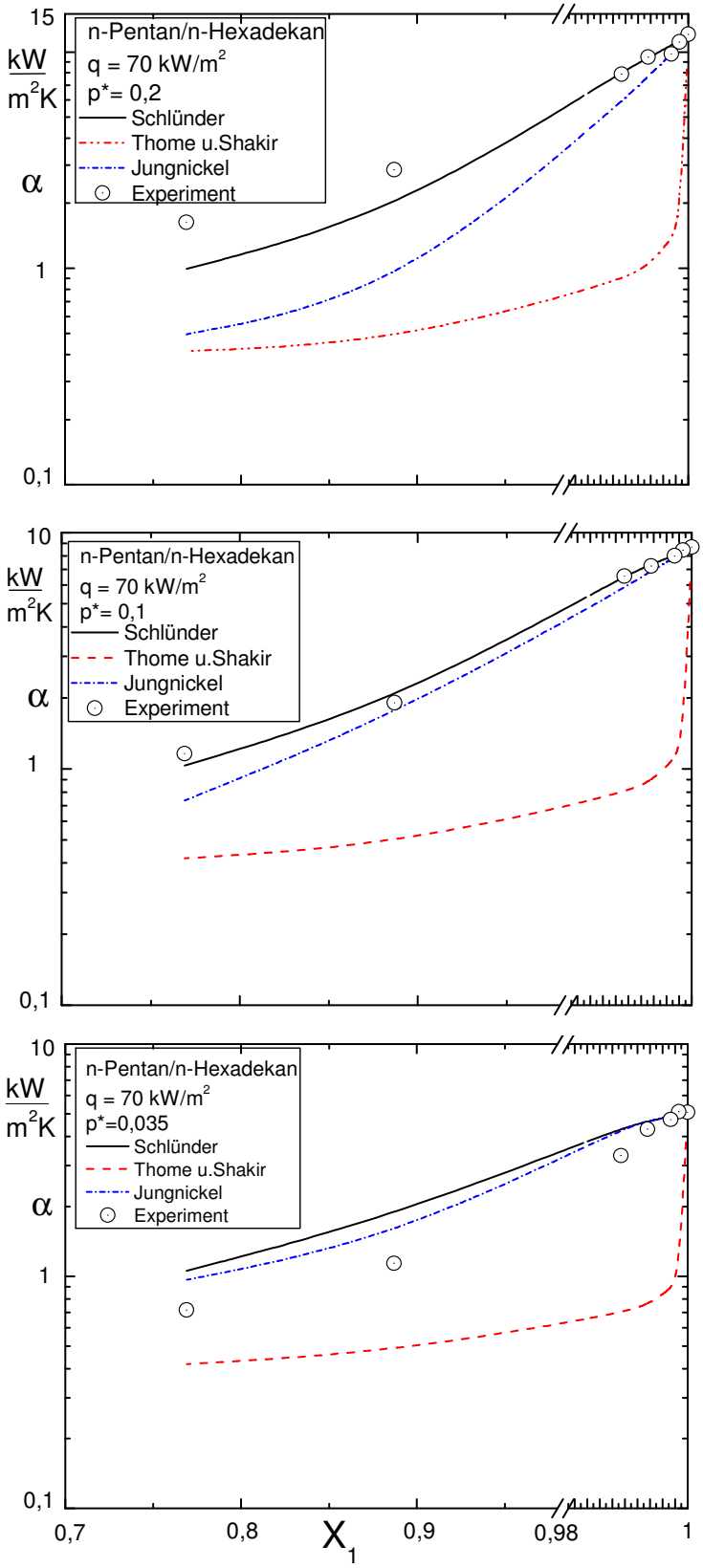


Bild 6.4: Vergleich der α-Werte für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch mit den Korrelationen aus den Gleichungen 6.1 bis 6.7 bei einer Wärmestromdichte von q = 70 kW/m² und drei verschiedenen normierten Drücken.

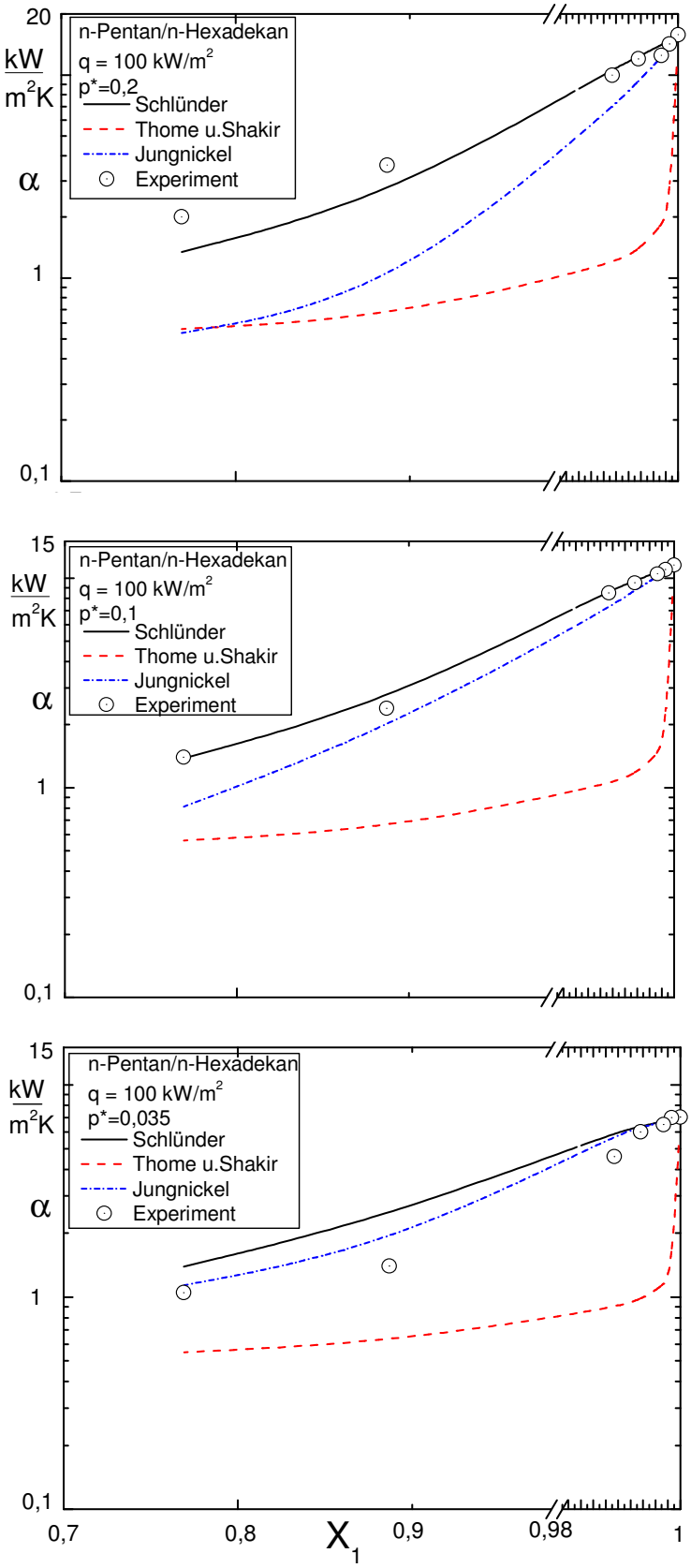


Bild 6.5: Vergleich der α-Werte für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch mit den Korrelationen aus den Gleichungen 6.1 bis 6.7 bei einer Wärmestromdichte von q = 100 kW/m² und drei verschiedenen normierten Drücken.

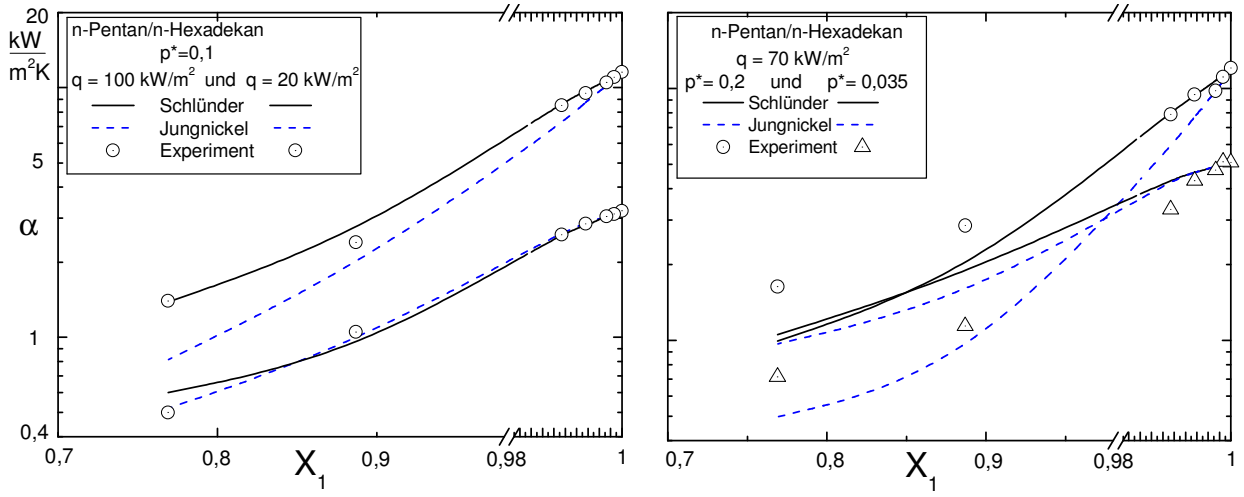


Bild 6.6: Exemplarischer Vergleich der Modelle von Schlünder /21/ und Jungnickel et al. /24/ und deren Wiedergabe der experimentellen Messergebnisse.

Für das Modell von Jungnickel et al. /24/ wird der Anpassungsparameter nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate bei einem Zustandspunkt, an dem der mittlere normierte Druck $p^* = 0{,}1$ und die Wärmestromdichte $q_0 = 20$ kW/m^2 betragen, angepasst und für andere Wärmestromdichten und normierte Drücke unverändert übernommen ($K_0 = 4$). In Bild 6.6 (links) ist zu sehen, dass die Korrelation in diesem Zustandspunkt sehr gut mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmt.

Der Anpassparameter B_0 in der Korrelation von Schlünder /21/ ist hierzu für den jeweils betrachteten normierten Druck bei einer Wärmestromdichte von $q_0 = 20$ kW/m^2 nach der Methode der kleinste Fehlerquadrate an die Messwerte angepasst und für andere Wärmestromdichten unverändert übernommen. Aufgrund der langwierigen und aufwändigen Anpassung der Korrelation von Schlünder /21/ wird in der Arbeit von Stier 2003 /4/ ein empirisches Modell vorgeschlagen, das es ermöglicht, den Anpassparameter B_0 für binäre Kältemittelsysteme und Kohlenwasserstoffe vorauszuberechnen.

Für die Kohlenwasserstoffsysteme, zu denen auch das System n-Pentan / n-Hexadekan gehört, kann durch den linearen Ansatz der Anpassparameter B_0 mit Gleichung 6.8 näherungsweise berechnet werden, wobei die Steigung m_c mit steigendem Normalsiedepunktabstand ΔT_{SN} ansteigt /4/ (siehe Bild 6.7). Die

Druckabhängigkeit von B_0 für Kohlenwasserstoffsysteme wird mit folgender Gleichung bestimmt:

$$B_0 = A_{0C} * p/p_k^{m_c} \quad (6.8)$$

Wobei nach /4/ die Steigung m_c für Stoffgemische mit der üblichen positiven Druckabhängigkeit von α, in der Form

$$m_{c1} = 0{,}43 * \ln(\Delta T_{SN}) - 1{,}98 \quad (6.9)$$

berechnet wird. Die Steigung entspricht in Bild 6.7 der unteren durchzogenen Linie. Alternativ kann α bei negativer Druckabhängigkeit mit der folgender Gleichung

$$m_{c2} = 0{,}72 * \ln(\Delta T_{SN}) - 2{,}53 \quad (6.10)$$

berechnen werden. Das Ergebnis entspricht der oberen durchgezogenen Linie in Bild 6.7.

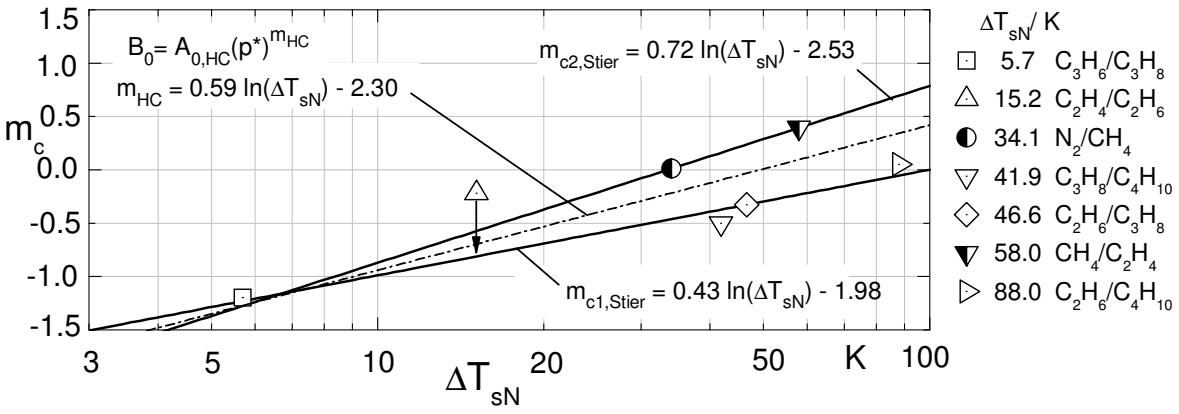


Bild 6.7: Steigungen m_C der Ausgleichgerade für den Anpassparameter B_0 (Gleichungen 6.9, 6.10) in Abhängigkeit vom Normalsiedepunktabstand ΔT_{SN} für Kohlenwasserstoffe, aus /19/.

Die oben beschriebene Methode zur Bestimmung des Anpassparameters B_0 für die Kohlenwasserstoffsysteme ist für einen Normalsiedepunktabstand von $\Delta T_{SN} = 88$ K (Ethan / n-Butan) entwickelt worden. In Bild 6.8 ist die Näherungsgerade (durchgezogene Linie), die mit den Gleichungen 6.8, 6.9 und 6.10 berechnet wurde, eingetragen. Nach Stier wird der gemeinsame Mittelwert $B_0 = 0{,}7$ bei $p^* = 1$, d. h. $A_{OC} = 0{,}7$, vorgegeben (siehe die in das Diagramm eingetragene Näherungsgerade). Allerdings fügen sich für das Ethan / n-Butan-

Gemisch (ΔT_{SN} = 88 K) die angepassten B_0-Werte nicht in die Tendenz ein, die durch die gestrichelte Linie in Bild 6.8 abgebildet ist. Die Steigung m_C die in Bild 6.9 (offenes Dreieck, Basis links) auf null gesetzt wurde obwohl dieser Wert in Wirklichkeit m_c = -0,4 beträgt (gefülltes Dreieck auf Basis links).

Nachdem die ermittelten Anpassparameter B_0 für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch in das Diagramm eingetragen sind (volle Symbole), wird deutlich, dass die als gepunktete Linien in Bild 6.8 dargestellten Näherungsgeraden für die beiden weitsiedenden Gemische einen gemeinsamen Mittelwert B_0 = 0,3 haben. Für diese Näherungsgeraden sind die Steigungen neu berechnet und in das Diagramm eingetragen worden; sie lassen sich mit folgender Gleichung bestimmen:

$$m_{c3} = -\,0{,}13^{*} \ln(\Delta T_{SN}) + 0{,}16. \qquad (6.11)$$

Die neue Steigung ist als gepunktete Linie dargestellt (Bild 6.9). Dieser Ansatz eignet sich wesentlich besser zur Vorausberechnung des Anpassparameters B_0 für weitsiedende Gemische.

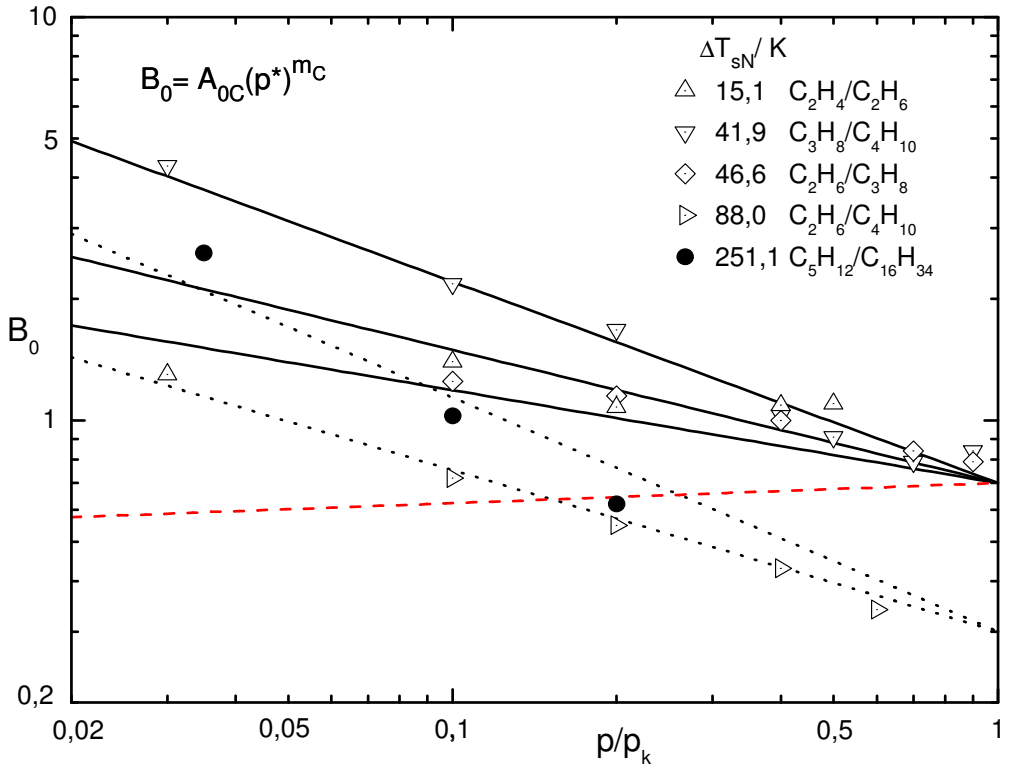


Bild 6.8: Druckabhängigkeit des Anpassparameters B_0 aus Gleichung 6.2 für Kohlenwasserstoffsysteme. Anpassung bei jeweils konstanter Wärmestromdichte q = 20 kW/m^2.

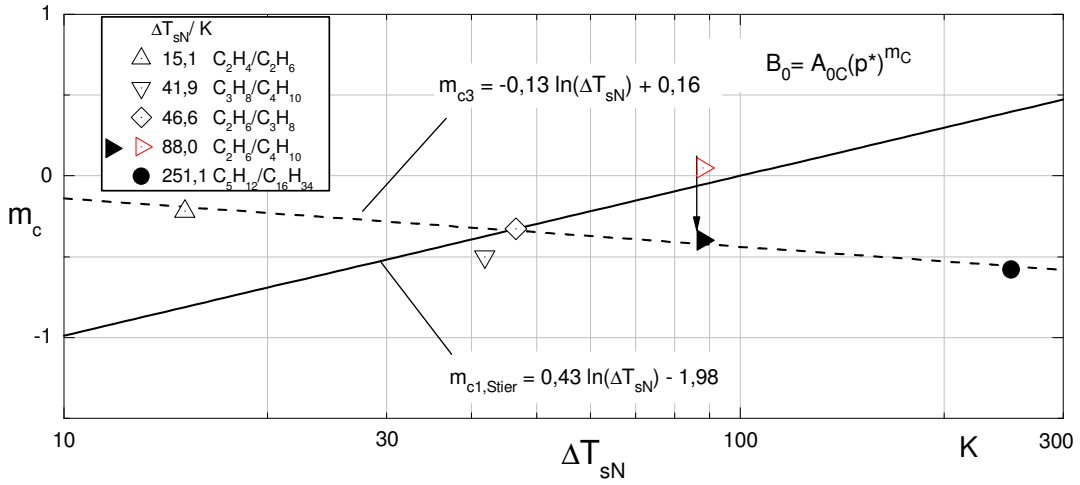


Bild 6.9: Steigungen m_C der Ausgleichsgerade für den Anpassparameter B_0 (Gleichungen 6.10 und 6.13) in Abhängigkeit vom Normalsiedepunktabstand ΔT_{SN} für Kohlenwasserstoffe.

7. Stand des Wissens zum Strömungs- und Behältersieden hochviskoser Stoffgemische

In verfahrenstechnischen Prozessen liegen Fluidgemische mit sehr hohen Siedepunkt und Viskosität unterschieden, zum Beispiel bei der Entgasung von Polymerlösungen. Die Entfernung von flüchtigen Anteilen wie nicht umgesetzten Monomeren, niedermolekularen Reaktionsprodukten und Lösemitteln aus Polymeren ist ein wesentlicher Bestandteil des Herstellungsprozesses. Seit langem wird die Bedeutung dieses Produktionsschrittes für die Verbesserung bestimmter Materialeigenschaften, die Reduzierung des Geruchs sowie die Minimierung des Gesundheitsrisikos erkannt. Durch zunehmende Umwelt- und Gesundheitsvorordnungen und einen schärfer werdenden, auch über die Produktqualität ausgetragenen Konkurrenzkampf haben die mit der Entgasung zusammenhängenden Fragestellungen in den letzten zehn Jahren stark an Bedeutung gewonnen.

Zur Entgasung von Polymerlösungen werden nach dem Stand der Technik i. d. R. Flash- und Dünnschicht-Verdampfer für größere Mengen an gelösten flüchtigen Stoffen sowie Schnecken bzw. Extruder für geringe Restmengen eingesetzt /44/. Da vor allem das Entfernen geringer Konzentrationen an flüchtigen Verbindungen aus dem Polymer ein Problem darstellt, wurde in der Vergangenheit in erster Linie das Verfahren der Entgasung mittels Extruders untersucht.

Wie die Entwicklungen der letzten Jahre gezeigt haben, können durch die vorgeschaltete Verdampfung von Lösemitteln in mehrstufigen Rohrbündelapparaten bereits sehr geringe Konzentrationen an flüchtigen Reststoffen erreicht werden (bis weit unter 1 %). Die Hersteller von Polymeren sind bemüht, die Entgasung in billigen und robusten Rohrbündelapparaten bis zu möglichst geringen Konzentrationen zu führen. Trotz der scheinbaren Einfachheit des Verfahrens fehlt bis heute aber ein grundsätzliches Verständnis zum Ablauf des Prozesses. Die entsprechenden Apparate werden auf der Basis von Erfahrungswerten in einem zeit- und kostenaufwändigen „Trial and Error“-Verfahren ausgelegt.

Bei der Auslegung der Rohrbündelapparate wird der Entgasungsprozess bisher analog zum Strömungssieden von Gemischen behandelt. Bild 7.1 zeigt den typischen Verlauf des Strömungssiedens im senkrechten Rohr. Bei der

Modellierung des Verdampfungsprozesses werden vor allem vier Bereiche unterschieden:

(1) Wärmeübertragung durch Konvektion in laminarer einphasiger Strömung,

(2) unterkühltes und gesättigtes Blasensieden,

(3) konvektives Sieden und

(4) Wärmeübertragung auf einzelne Flüssigkeitstropfen.

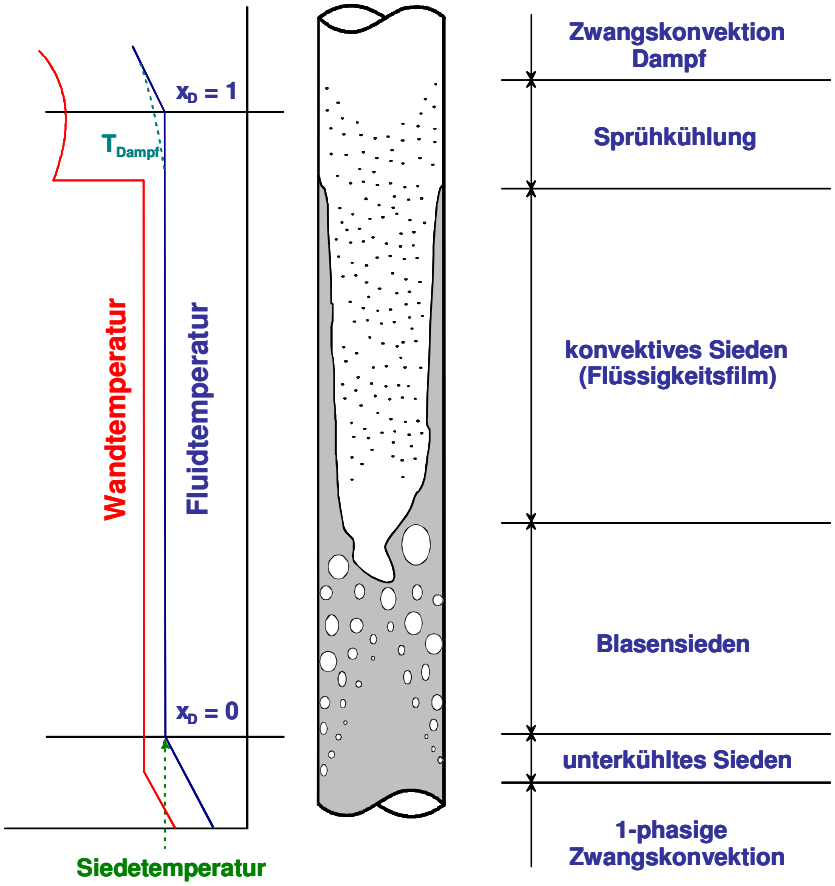


Bild 7.1: Wärmeübertragung beim Strömungssieden im senkrechten Rohr /6/.

Polymere sind Makromoleküle mit langen Molekülketten und einer großen Molmasse. Aufgrund der ausgeprägten Knäuelstruktur besitzen Polymere eine hohe Viskosität, die stark vom Lösemittelgehalt abhängig ist, und zeigen ein strukturviskoses Verhalten. Der Anteil an Lösemittel und Monomeren liegt beim Eintritt des ersten Rohrbündelapparates in der Regel in der Größenordnung von 50 % und soll im Laufe des Prozesses auf weit unter 1% reduziert werden. Dadurch ändert sich z. B. die Viskosität des strömenden Gemisches um mehrere Größenordnungen. Das Polymer hat einen so geringen Dampfdruck, dass sein Anteil in der Gasphase vernachlässigt werden kann. Offensichtlich sind also

Modelle zur Beschreibung des Strömungssiedens niedrigviskoser reiner Stoffe und Gemische nur eingeschränkt bzw. gar nicht auf Prozesse mit Polymeren übertragbar.

Innerhalb eines Projektes in Zusammenarbeit mit der Bayer Technology Services GmbH wurden von Wienecke et al. anwendungsnahe Versuche zum Strömungssieden von hochviskosen Gemischen durchgeführt /6/, /7/, /8/, /9/. In diesem Projekt wurde die Wärmeübertragung beim Strömungssieden hochviskoser Gemische in einer Ringspaltversuchsstrecke bei verschiedenen Siedetemperaturen bis max. 150 °C und für Gemische aus Silikonölen (mit drei Viskositäten M10k, M100k und M1000K) und n-Pentan (als Lösemittel) untersucht. Zusammenfassend ist bei diesen Untersuchungen festgestellt worden, dass die Viskosität eines Fluids einen großen Einfluss auf den Wärmeübergang hat. Neben den „konventionellen Einflussfaktoren“ wie Durchsatz, Lösungsmittelkonzentration, Wärmestromdichte bzw. Heizwandtemperatur werden vor allem auch durch die Viskosität die jeweilige Lage und die Ausprägung der verschiedenen Wärmeübergangsmechanismen im Siederohr bestimmt. Zusätzlich gewinnt bei hohen Viskositäten mit der Entspannungsverdampfung ein Mechanismus an Bedeutung, der in dieser Form bei niedrigviskosen Fluiden keine Rolle spielt. In den Wärmeübergangskorrelationen für niedrigviskose Fluide findet dieser Mechanismus dementsprechend keine Berücksichtigung. Auch die beobachteten extremen radialen Temperatur-gradienten in Ringspalt der Versuchstrecke sind durch die Viskosität bestimmt und stellen eine besondere Herausforderung für die Formulierung eines detaillierten Wärmeübergangsmodells dar /6/.

Der in Bild 7.2 dargestellte Vergleich der dabei aufgenommenen Strömungsbilder von siedenden hochviskosen Gemischen mit einer nicht verdampfenden Komponente mit den bereits diskutierten Strömungsformen des konventionellen Strömungssiedens unterstreicht, dass sich die Physik beider Prozesse deutlich unterscheidet. Eine Übertragung von Berechnungsvorschriften, die für das Strömungssieden niedrigviskoser, vollständig verdampfender Gemische entwickelt wurden, ist fragwürdig. Ritter /45/ gelangte bei seinen Untersuchungen zum Strömungssieden von Polymerlösungen im beheizten senkrechten Rohr schon 1969 zu ähnlichen Ergebnissen.

Vergleichbare Prozesse spielen auch in anderen Bereichen der Technik, wie etwa in der Lebensmitteltechnik oder der Petrochemie, eine Rolle. So wird z. B.

Tomatenmasse in kleinen Chargen in offenen Eindampfkesseln oder mantelbeheizten kugelförmigen Rührbehältern hergestellt, in Brauereien die Würze mit beheizten Rührmaschinen gekocht oder Obst und Gemüse mittels Dünnschichtverdampfern aufkonzentriert.

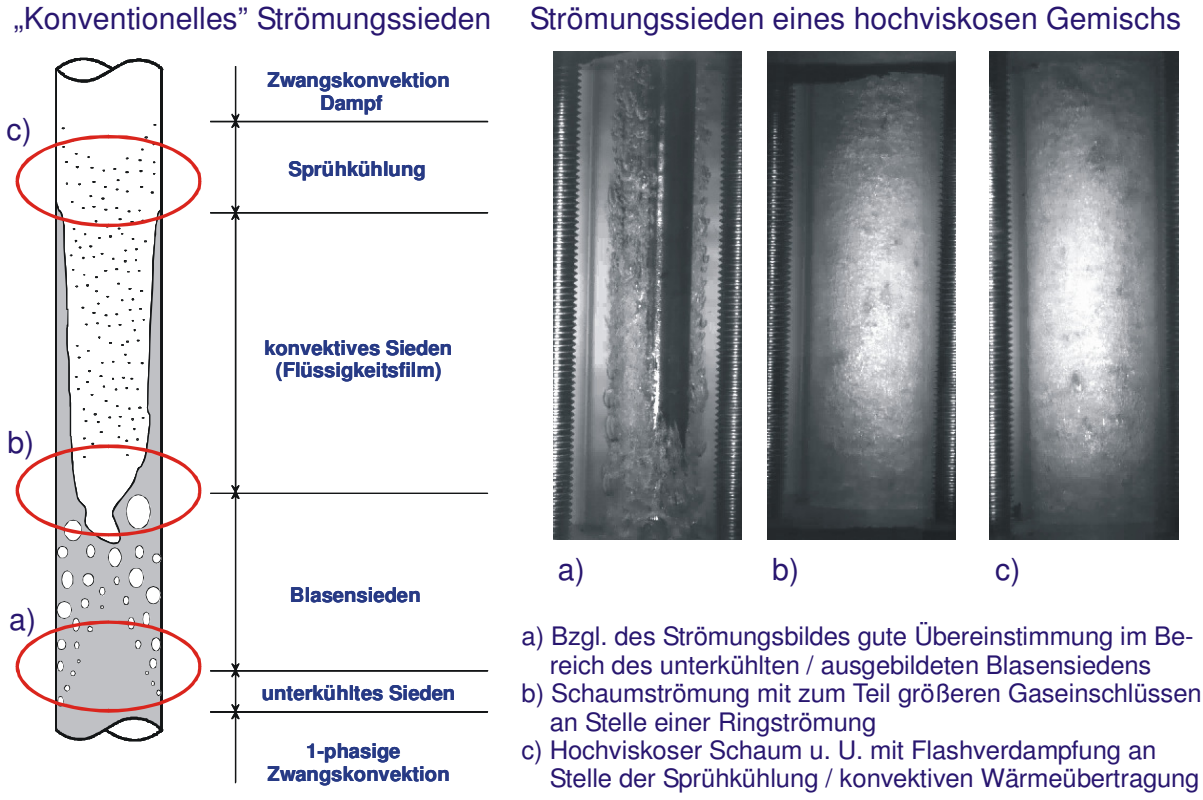


Bild 7.2: Vergleich der Strömungsbilder von konventionellem Strömungssieden und Strömungssieden von hochviskosen Gemischen im senkrechten anularen Rohr.

Analog zur Entgasung von Polymerlösungen wird in all diesen Prozessen ausschließlich das Lösungsmittel verdampft und nicht der thermisch empfindliche Wertstoff.

Stand der Technik ist die Berechnung des Wärmeübergangs unter Verwendung eines mittleren Wärmeübergangskoeffizienten, womit kontinuierliche Verdampferanlagen nur in erster Näherung beschrieben werden können. Für die Auslegung von Anlagen sind auch hier praktische Erfahrungen und Labor- bzw. Technikumsversuche unbedingt erforderlich. Die experimentelle Ermittlung des Wärmeübergangskoeffizienten erfolgt meist indirekt über den Stoffübergang, der mit Hilfe von optischen Verfahren visualisiert werden kann. Bei einer Lewis-Zahl von 1 und

freier Konvektion können die Ergebnisse näherungsweise auf den Wärmeübergang übertragen werden. Dieses Verfahren ist aber sehr ungenau, und seine Anwendung beim Blasensieden sowie die Übertragung auf nicht-newtonsche Flüssigkeiten sind fragwürdig.

Aus dem oben beschriebenen Stand der Forschung und Technik im Bereich des Strömungssiedens ist das Bedürfnis entstanden, die grundlegenden Wärmeübertragungsphänomene im Bereich des Behältersiedens und die Einflüsse der obengenannten Betriebsparameter auf den Wärmeübergang zu untersuchen, um die Wärmeübertragungsmechanismen beim Strömungssieden besser zu verstehen und einen Beitrag zur Optimierung von verfahrentechnischen Anlagen zu leisten.

Bisher existieren nur wenige wissenschaftliche Arbeiten, die sich unmittelbar mit den Grundlagen des Siedens hochviskoser Gemische mit einer nicht verdampfenden Komponente beschäftigen. Biesenberger /46/, /47/ konzentriert sich vor allem auf die Prozesse bei Flash- und Dünnschichtverdampfern sowie Extrudern und liefert Grundlagen zur Auslegung entsprechender Verfahren. Die Versuche von Floquet-Muhr und Midoux /48/ zum Sieden nicht-newtonscher Flüssigkeiten im Rührkessel beschränken sich auf Dispersionen und wässrige Lösungen von Glycerol und CMC. Kernaussage der Untersuchungen ist, dass gängige Korrelationen zur Ermittlung von Wärmestromdichten für hochviskose Medien nicht verwendet werden können.

Shulman und Levitsky /49/ und Levitsky et al. /50/ beschreiben unter theoretischen Gesichtspunkten das Blasenwachstum aufgrund von Experimenten zum Siedeverhalten von Polymerlösungen. Die Hauptursache für den schlechten Wärmeübergang beim Blasensieden von Polymerlösungen suchen Shulman und Levitsky analog zu Padberg /44/ in der ansteigenden Viskosität der Flüssigkeit, der dadurch bedingten Verschlechterung der Konvektion und dem größeren Widerstand gegen aufsteigende Blasen. Padberg begründet den schlechten Stoffübergang bei konzentrierten Polymerlösungen auch mit der fehlenden turbulenten Vermischung. Aufgrund der hohen Viskosität sei die Entgasung von Polymerlösungen maßgeblich von der Diffusion geprägt. Die für den Prozess der Wärme- und Stoffübertragung entscheidenden lokalen Konzentrationsgradienten und damit die lokalen Dichte- und Viskositätsunterschiede sowie die Charakteristika von

Blasenbildung und Blasenwachstum konnten bisher aber nicht experimentell abgebildet werden.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die physikalischen Grundlagen des Siedens hochviskoser Gemische bis heute nicht systematisch untersucht worden sind. Die Auslegung von verfahrenstechnischen Anlagen zur Entgasung von hochviskosen Systemen im Allgemeinen und insbesondere von hochviskosen Polymerlösungen erfolgt bis heute primär auf der Basis von Erfahrungswerten.[1]

[1] Für die detaillierte und zusammenfassende Literaturrecherche, die im Rahmen eines DFG-Antrages durchgeführt worden ist, möchte ich Frau Dr.-Ing. Mandy Gerber herzlich danken.

8. Versuchsanlage zum Behältersieden hochviskoser Stoffgemische

Die Entwicklung der Apparatur zur Untersuchung des Siedens hochviskoser Gemische wurde primär auf Erfahrungen aus dem Bereich des Strömungssiedens hochviskoser Fluide /6/ und auf die Erfahrungen mit der zuvor beschriebenen, für weitsiedende niedrigviskose Gemische modifizierten Normapparatur zurückgegriffen. Daneben sind zahlreiche Vorversuche durchgeführt worden, die für die Entwicklung einzelner Komponenten (z. B. der Pumpe für hochviskose Stoffe und des Refraktometers) notwendig waren.

8.1 Vorversuche zur Konstruktion der Messzelle

Vor der endgültigen Konstruktion des Verdampfers wurde ein Prototyp des Verdampfers gebaut, um die Strömung im Verdampfer bei hochviskosen Fluiden (bis 1000 Pa s) besser beurteilen zu können. Die wichtigste Zielsetzung war dabei, eine gleichmäßige Strömungsgeschwindigkeit über den Querschnitt des Verdampfers zu erreichen und somit eine gleichmäßige Wärmeabfuhr von der Heizfläche des Versuchrohres zu gewährleisten, und um mögliche Einflüsse des Zwangsumlaufs zu minimieren. Die Grundmaße des Verdampfers sind gegenüber der Normsiedeapparatur unverändert geblieben /10/, /51/. Für diese Vorversuche wurde eine Umlaufapparatur aufgebaut, die zugleich für die Erprobung und die Kalibrierung des Refraktometers benutzt worden ist.

Bild 8.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des neuen Verdampfers sowie Blasenbildung und Strömung im noch nicht thermostatisierten Prototypen. Gut zu erkennen ist das Leitblech, über das an n-Pentan verarmtes Gemisch (oberhalb des Versuchsrohrs) abläuft und nach unten zum Ansaugstutzen der Umwälzpumpe gelangt, über die es mit Kondensat vermischt wird. Das so entstehende Gemisch gelangt durch das Rohr am Boden des eigentlichen Pools zurück in den Verdampfer. Auf diese Weise soll eine ausreichende Umwälzung realisiert werden, ohne am Versuchsrohr lokal hohe Strömungsgeschwindigkeiten zu erzeugen. Während der Vorversuche sind Videoaufnahmen mit unterschiedlichen Massenströmen und Konzentrationen (Massenbruch n-Pentan 10 % und 30 %) gemacht worden, deren Analyse bezüglich der gleichmäßigen

Anströmung des Versuchsrohres sehr gute Ergebnisse geliefert hat.

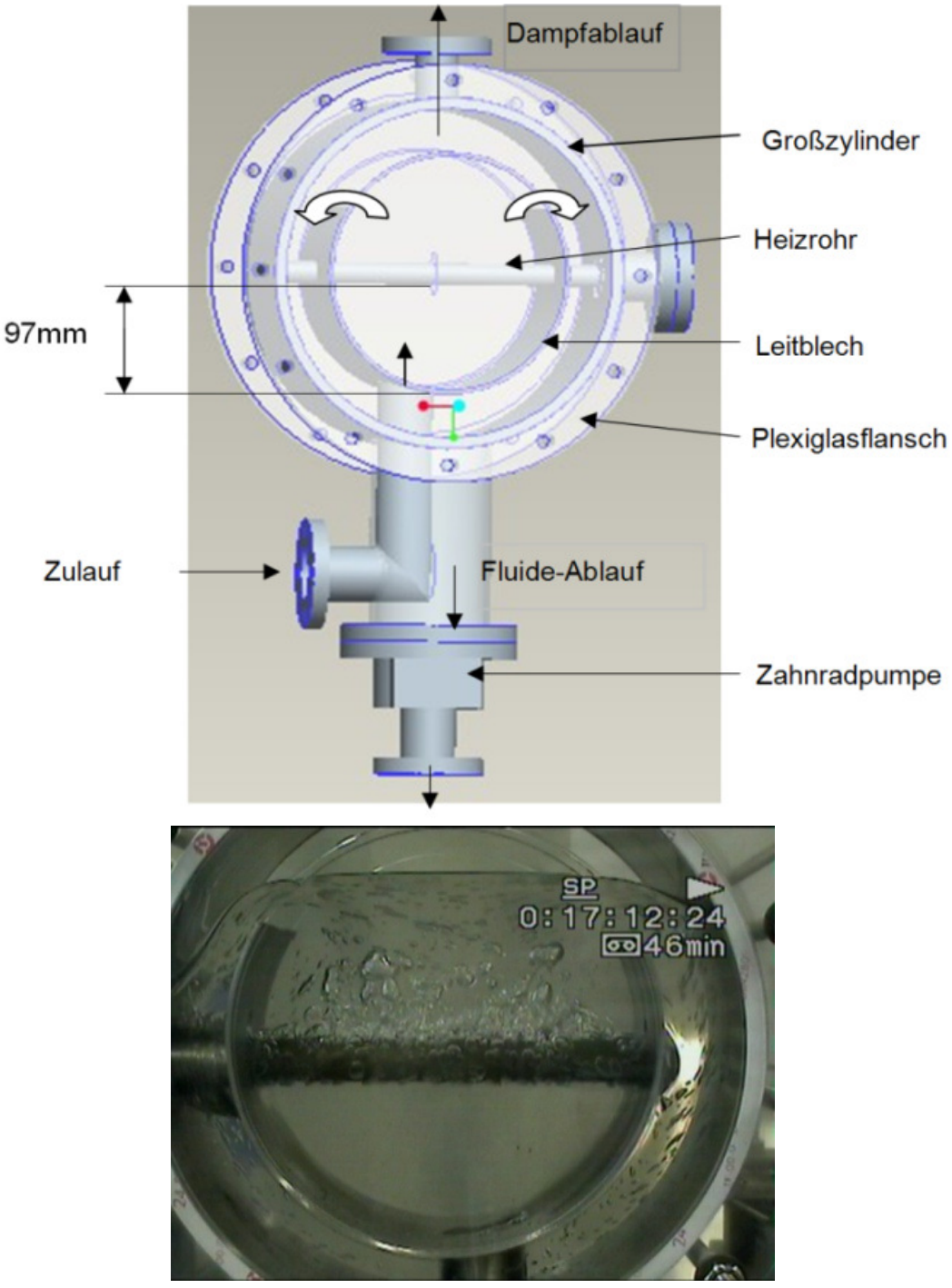


Bild 8.1: Prinzipieller Aufbau des Verdampfers (oben) und Beobachtung der Strömung und Blasenbildung im Verdampfer (unten).

Darüber hinaus sind die Aufnahmen für die Auslegung der Zahnradpumpe und die Abschätzung des Einflusses der Anströmgeschwindigkeit auf Blasenbildung, -strömung und -wachstum verwendet worden. Eine Analyse der Videoaufnahmen hat bei 10 % n-Pentan eine mittlere Geschwindigkeit der hochströmenden Blasen von w = 0,6 mm/s und eine von w = 1,7 mm/s bei 30 % n-Pentan ergeben, wobei in der

Höhe des Versuchsrohres für einen Volumenstrom von 50 l/h eine Strömungsgeschwindigkeit von w = 0,45 mm/s erzeugt wurde (bei einem Volumenstrom von 10 l/h beträgt die Strömungsgeschwindigkeit w = 0,09 mm/s). Bild 8.2 zeigt einen Screenshot des entwickelten Programms, das zum Zweck der Analyse der Videoaufnahmen diente.

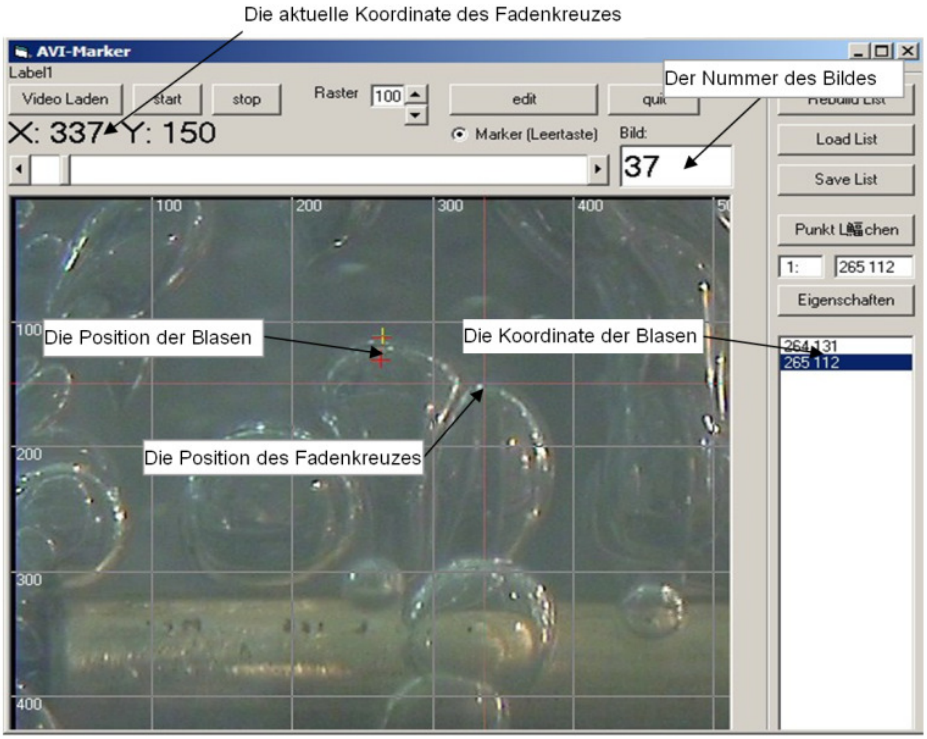


Bild 8.2: Ermittlung von Aufstiegsgeschwindigkeit und Blasenwachstum auf der Basis von Videoaufnahmen.

8.2 Erprobung und Kalibrierung des Refraktometers

Die Bestimmung der Zusammensetzung von hochviskosen Gemischen mit Hilfe der etablierten thermogravimetrischen Methode /6/ ist ein sehr aufwändiger und langwieriger Prozess. In Vorversuchen wurde untersucht, ob mit einem Refraktometer wie vorgesehen Konzentrationen im Pool bzw. in der Zuleitung zum Pool mit ausreichender Genauigkeit online gemessen werden können. Der vom Refraktometer bestimmte Brechungsindex ist stoffspezifisch und primär abhängig von der Zusammensetzung und der Temperatur des Gemisches. Um aus gemessenen Brechungsindizes die Zusammensetzung von n-Pentan/Silikonöl-Gemischen bestimmen zu können, musste man eine Kalibrierung durchführen /52/.

Die Kalibrierung ist zunächst mit reinen Stoffen durchgeführt worden, wobei die

Temperatur variiert wurde. Mit Hilfe dieser Messdaten wurden Korrelationsgleichungen für die Brechungsindizes der reinen Komponenten entwickelt (siehe Bild 8.3 und Gl. 8.1 für das verwendete Silikonöl und Gl. 8. 2 für n-Pentan). Die relative Abweichung der Korrelationsgleichungen von den Messwerten beträgt maximal ±0,03 %:

$$n_{Oe} = 0{,}00171128 \cdot \left(\frac{\vartheta}{100}\right)^2 - 0{,}04007691 \cdot \left(\frac{\vartheta}{100}\right) + 1{,}41369357 \qquad (8.1)$$

$$n_{Pe} = -0{,}01199163 \cdot \left(\frac{\vartheta}{100}\right)^3 + 0{,}01279754 \cdot \left(\frac{\vartheta}{100}\right)^2 - 0{,}0685325 \cdot \left(\frac{\vartheta}{100}\right) + 1{,}37220115 \qquad (8.2)$$

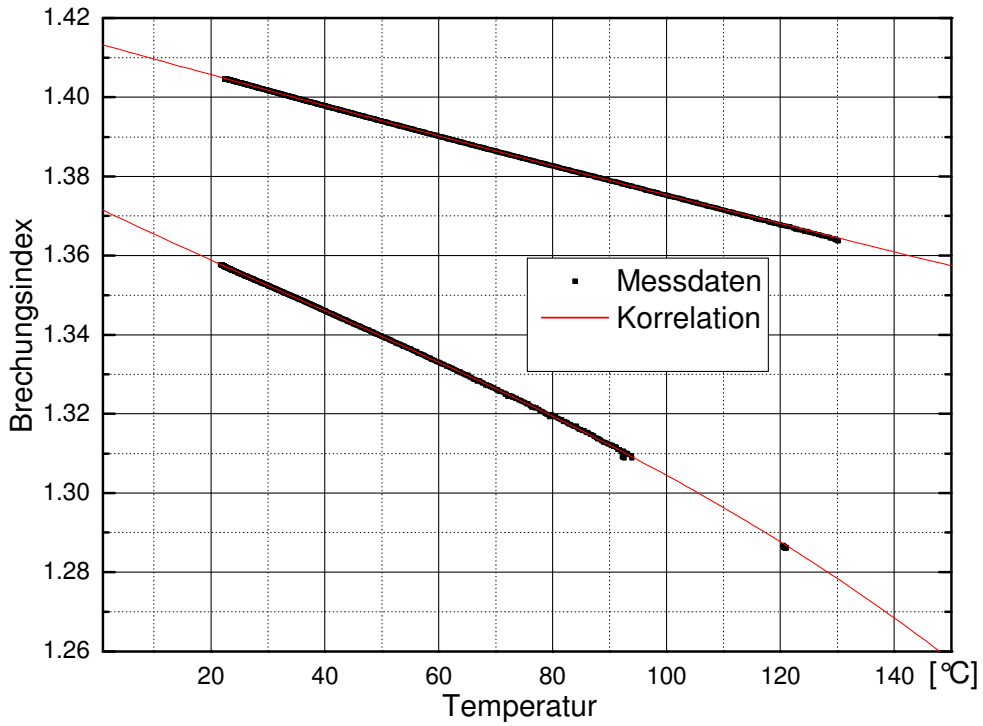


Bild 8.3: Messdaten und Korrelationskurve für den Brechungsindex von Baysilone M1000k (oben) und n-Pentan (unten) /52/.

Anschließend wurden Gemische unterschiedlicher Zusammensetzung über weite Temperaturbereiche vermessen. Bei jedem Gemisch wurde eine Probe entnommen und deren Zusammensetzung gravimetrisch bestimmt. Die so erhaltenen Daten dienten als Referenz für die Anpassung einer empirischen Funktion, die den Brechungsindex in Abhängigkeit von der Temperatur und der Zusammensetzung beschreibt:

$$n_{gemisch}\left(\vartheta,\xi_{pe}\right)=\underbrace{(1-\xi_{pe})*(n_{oe})}_{\text{Oel}}+\underbrace{\xi_{pe}*(n_{pe})}_{\text{n-Pentan}} \tag{8.3}$$

$$+\underbrace{(1-\xi_{pe})*(\xi_{pe})*\left\{0{,}02572137+\left(\frac{\vartheta}{100}\right)^{2}-0{,}03761637*\left(\frac{\vartheta}{100}\right)-0{,}01357004\right\}}_{\text{Mischungsterm}}$$

Bild 8.4 zeigt den resultierenden Verlauf des Brechungsindexes für das Gemisch n-Pentan/Silikonöl M1000k. Ist die Temperatur des Gemisches bekannt, kann mit Hilfe dieser Funktion iterativ auf die Zusammensetzung geschlossen werden. Allerdings ist die dabei realisierbare Unsicherheit noch deutlich größer als bei thermogravimetrischen Messungen. Aus diesem Grund wird davon ausgegangen, dass die Kalibrierung des Refraktometers in einer besser thermostatisierten Umgebung und für alle relevanten Silikonöle wiederholt werden muss, wenn das Refraktometer in zukünftigen Versuchen zur Bestimmung absoluter Konzentrationen genutzt werden soll. Für die qualitative Beobachtung von Konzentrationsverschiebungen reicht die vorliegende Kalibrierung aus.

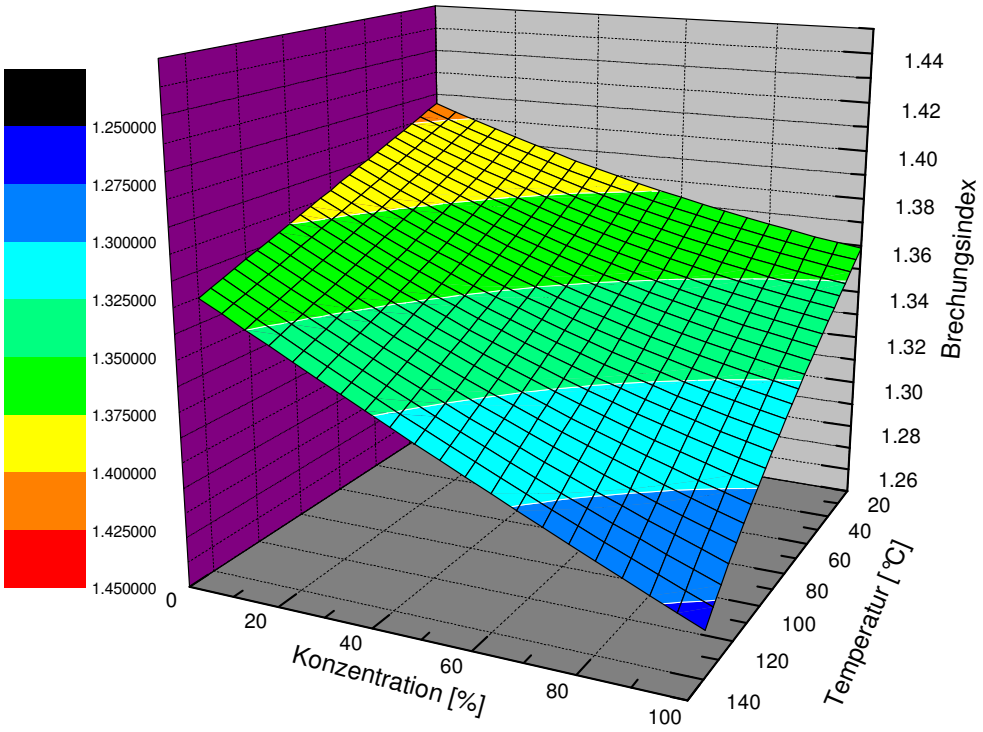


Bild 8.4: Verlauf des aus Gl. (8.3) berechneten Brechungsindexes über Zusammensetzung und Temperatur eines n-Pentan/Silikonöl-Gemisches. Die aufgetragene Konzentration entspricht dem Gew. n-Pentan /52/.

8.3 Konstruktion von Messzelle und Umwälzkomponenten

In Bild 8.5 ist die Hochviskosapparatur mit Messzelle und Umwälzsystem schematisch dargestellt. Die modifizierte Apparatur besteht wie üblich aus einem Verdampfer und einem Kondensator, die direkt durch ein Steigrohr miteinander verbunden sind. Im Verdampfer befindet sich ein elektrisch beheiztes, waagerecht angeordnetes Versuchsrohr.

Bei weitsiedenden hochviskosen Gemischen verdampft, wie bereits für das niedrigviskose Gemisch n-Pentan / n-Hexadekan diskutiert, fast ausschließlich die leichter siedende Komponente und gelangt über das Steigrohr in den Kondensator. Dort kondensiert sie aus und fließt über ein Fallrohr in einen Kondensatsammelbehälter, wo sie über eine Dosierpumpe mit verarmtem Gemisch, das sich im Verdampfer oberhalb des Versuchsrohres ansammelt, vermischt wird.

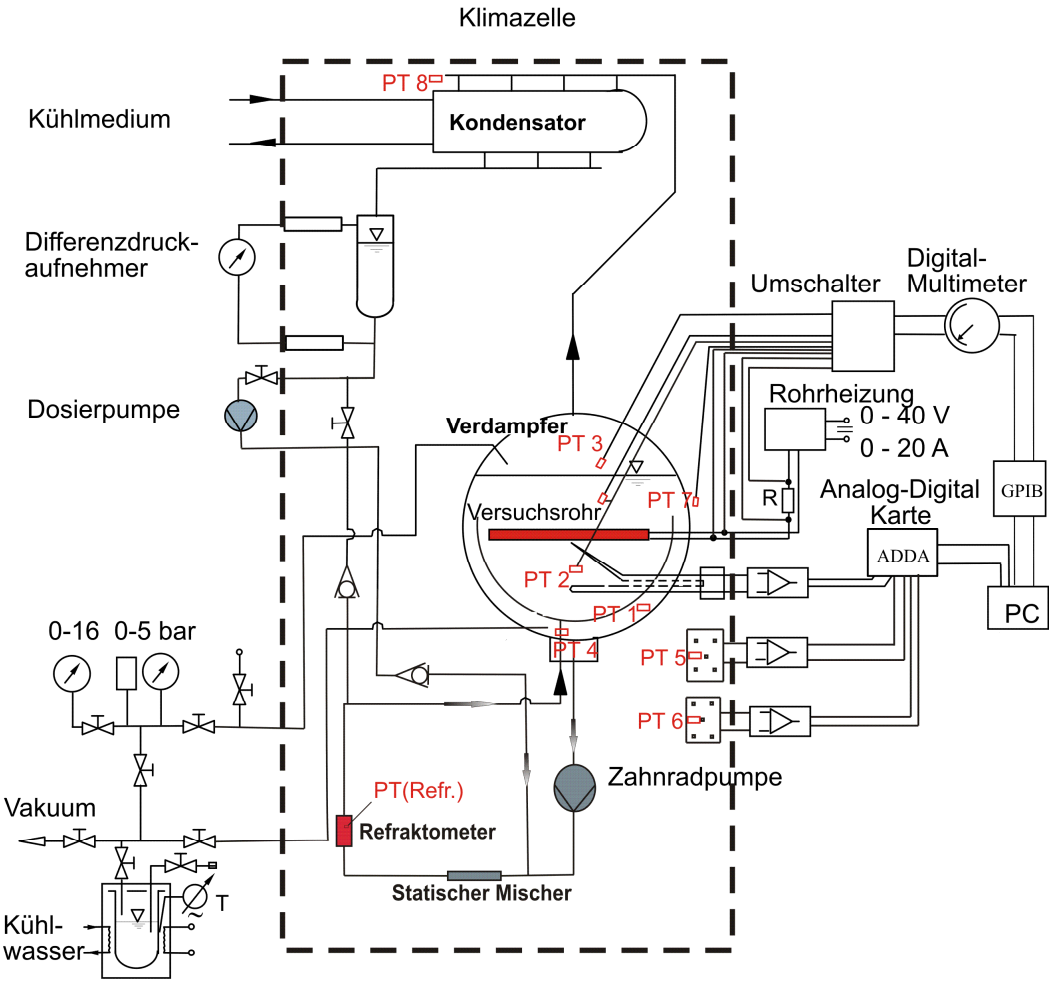


Bild 8.5: Schematische Darstellung der Hochviskosapparatur.

Bild 8.6 zeigt die Konstruktion des Verdampfers, die oberhalb des Versuchsrohres ein Überlaufen und Ausschleusen von verarmtem Gemisch ermöglicht. Das abgesaugte Gemisch wird mit Hilfe einer speziell angefertigten Zahnradpumpe kontinuierlich über einen statischen Mischer (der Firma Fluitec, Typ CSE-X/8) mit dem Kondensat vermischt. Die Zusammensetzung wird dabei mit Hilfe des Refraktometers kontinuierlich überprüft. Die Regelung der Pumpen erfolgt über eine Füllstandsmessung im Mischbehälter oder über das Messsignal des Refraktometers.

Wie bereits oben erwähnt, unterscheidet sich der Versuchsstoffkreislauf der Hochviskosapparatur von einer Normsiedeapparatur durch die Umwälzkomponenten, wobei zwei zusätzliche Einflüsse auf den Wärmeübergang entstehen können: ein stärkerer Anströmungseffekt in der Nähe des Versuchsrohres während der Messung und eine starke Schwankung des Füllstandes im Verdampfer von Messreihe zu Messreihe.

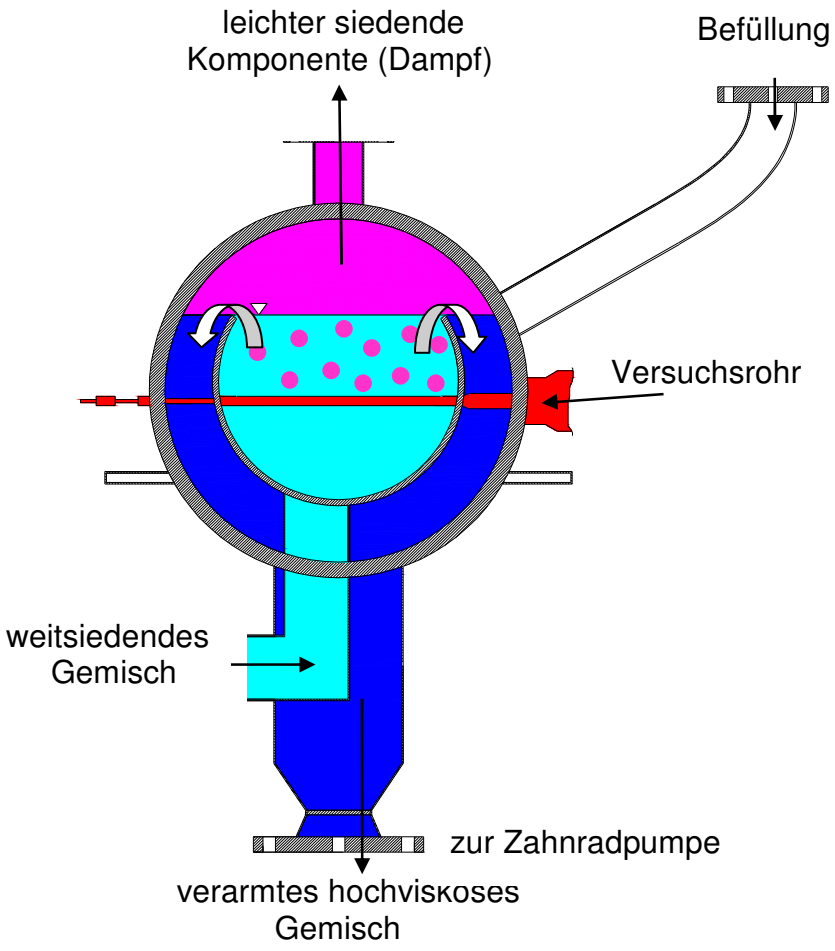


Bild 8.6: Schematische Darstellung der Strömung im Verdampfer.

Die Strömung kann durch Steuerung der Hochviskospumpe mit einem Frequenzumrichter eingestellt werden, und so kann der dadurch entstandene Anströmungseinfluss bestimmt und minimiert werden (siehe Kapitel 9.1). Die Fluktuation der Füllstandshöhe im Verdampfer wurde von Goetz /10/ detailliert untersucht, wobei kein Einfluss auf den Wärmeübergang festgestellt worden ist, solange das Versuchsrohr komplett in Versuchsstoffe eingetaucht ist. Allerdings sind die Untersuchungen beim Sieden reiner Stoffe durchgeführt worden.

Im Vergleich zur Normsiedeanlage sind die Grundmasse des Verdampfers gleich geblieben, wobei der Abstand zwischen dem Kondensator und dem Versuchsrohr von 1250 mm nicht eingehalten worden ist. Bei der Entwicklung der Normsiede-apparatur wurde der Höheneinfluss des Kondensators auf den Wärmeübergang detailliert untersucht, wobei kein Einfluss zwischen 1250 mm und 500 mm festgestellt worden ist /10/. Bei dieser Hochviskosapparatur beträgt die Höhe des Kondensators 600 mm.

Bei den hier eingesetzten **Pumpen** handelt sich um zwei verschiedene Typen. Die **Zahnradpumpe** (WITTE PUMPS GmbH, Pumpenkopf CHEM 25,6-3), die das verarmte Gemisch aus dem Verdampfer ansaugt, ist eine spezielle Anfertigung, die mit einer doppelten Gleitringdichtung ausgestattet ist, welche die Aufgabe hat, die Pumpenwelle gegen nicht rotierende Pumpenteile abzudichten. Dieser Aufbau charakterisiert sich durch zwei aufeinanderliegende Gleitflächen, die durch Federkraft gegeneinandergedrückt sind. Zwischen den Gleitflächen befindet sich die aus dem Sperrbehälter zugeführte Sperrflüssigkeit, die mit einem höheren Druck als in der Messzelle gespeist wird und somit die Dichtigkeit gewährleistet. Durch diese Art der Abdichtung der Pumpe ist der Systemdruck auf 16 bar begrenzt. Um die benötigte Massenströme abdecken zu können (sehr hohe Massenströme für die Vorvermischung und niedrigere bei der Messung), ist ein Getriebe zwischen den Pumpenkopf und den Elektromotor geschaltet worden. Die Zahnradpumpe wird über eine Flanschverbindung an der hinteren Wand der Klimakammer befestigt. Sie wird so aufgebaut, dass sich nur der Pumpenkopf in der Klimakammer befindet. Bild 8.7 zeigt die Kennlinie der Zahnradpumpen laut Herstellerangeben.

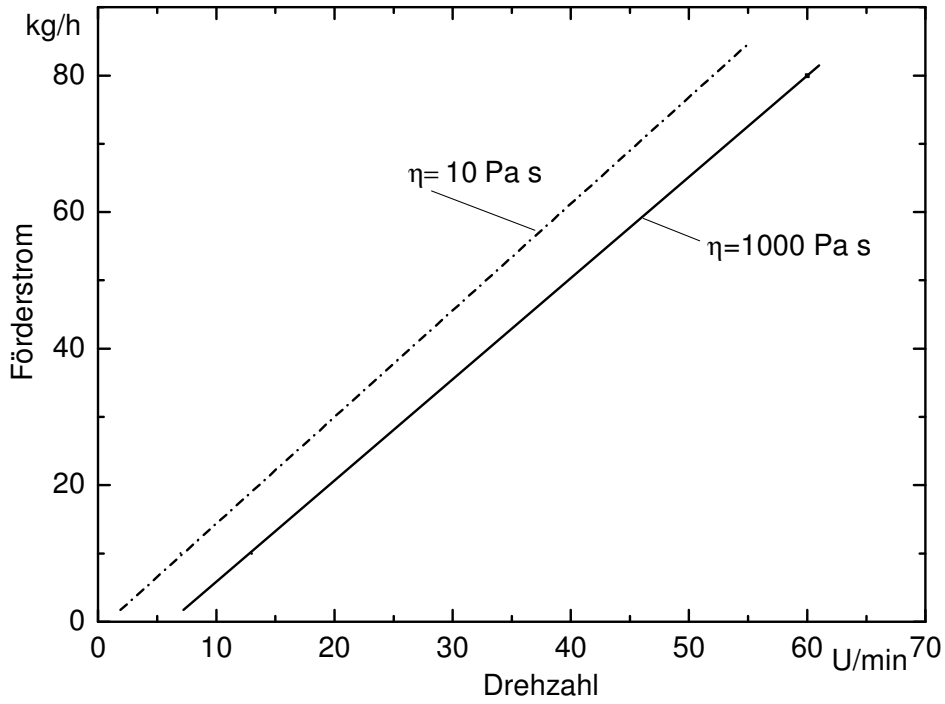


Bild 8.7: Kennlinie der Zahnradpumpe.

Die **Dosierpumpe** (LEWA GmbH, Pumpenkopf M910S), die das Kondensat aus dem Kondensatsammelbehälter in die Zuleitung vor dem statischem Mischer und damit in das verarmte Gemisch zurückpumpt, besteht hauptsächlich aus einem Pumpenkopf, einem Antrieb und ist ebenfalls an der hinteren Wand der Klimakammer angebracht. Der maximale Volumenstrom der Pumpe beträgt 14 l/h, kann aber durch eine manuelle Verstellung der Hublänge von 15 mm in Schritten von je 0,05 mm bis auf 0,05 mm reduziert und durch den Frequenzumrichter bis weit unter 0,01 l/h reduziert werden.

Bild 8.8 zeigt die Messzelle und den gesamte Versuchsstoffkreislauf der Hochviskosapparatur, eingebaut in die im Anschnitt 8.5 beschriebene Klimakammer.

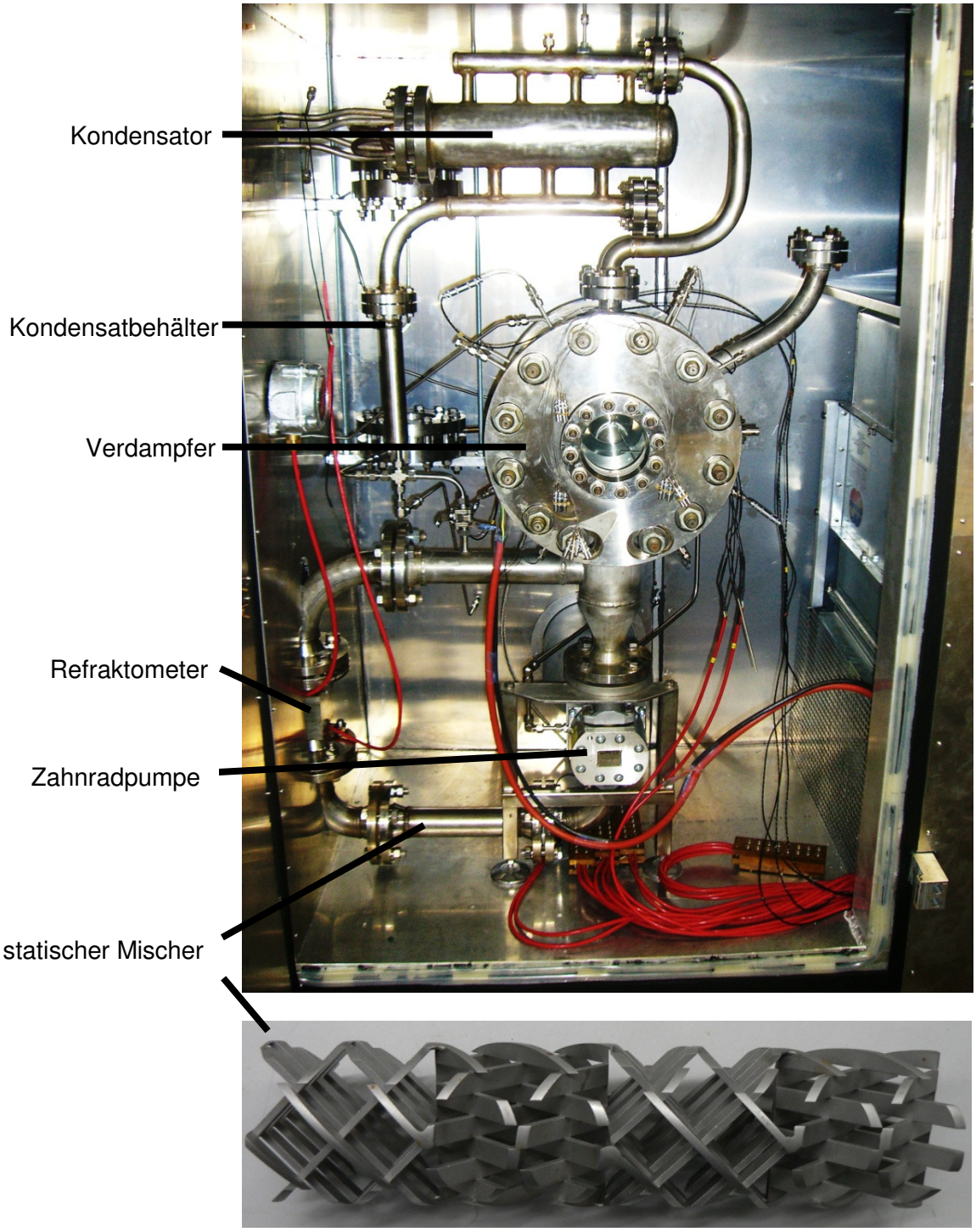


Bild 8.8: Foto der in der Klimakammer eingebauten Hochviskosapparatur (oben) und des statischen Mischers CSE-X/8 mit vier Mischelementen (unten).

8.4 Füllstandsmessung und -regelung im Kondensatsammelbehälter

Eine hydrostatische Füllstandsmessung kann grundsätzlich mit verschiedenen Methoden realisiert werden, wie bereits in Kapitel 3.2 beschrieben. Ein Vergleich der Methoden zeigt, dass eine hydrostatische Füllstandsmessung mittels Differenzdruckmessumformer mit Druckmittlern die hinsichtlich Genauigkeit, Automatisierbarkeit und Robustheit gestellten Anforderungen unter den in der Klimakammer herrschenden Bedingungen am besten erfüllt. Bei Verwendung von Druckmittlern kann der eigentliche Differenzdruckmessumformer außerhalb der Klimakammer installiert werden, wodurch das Messgerät nicht im direkten Kontakt mit dem zu untersuchenden Stoff steht und bei Raumtemperatur betrieben werden kann. Die Druckmittler sind über kapillare Leitungen mit dem Messumformer verbunden. Die Kapillaren sind mit Flüssigkeit ausgefüllt und übertragen den Differenzdruck an den Messumformer. Bild 8.9 zeigt die für die Füllstandsmessung im Kondensatsammelbehälter realisierte Lösung:

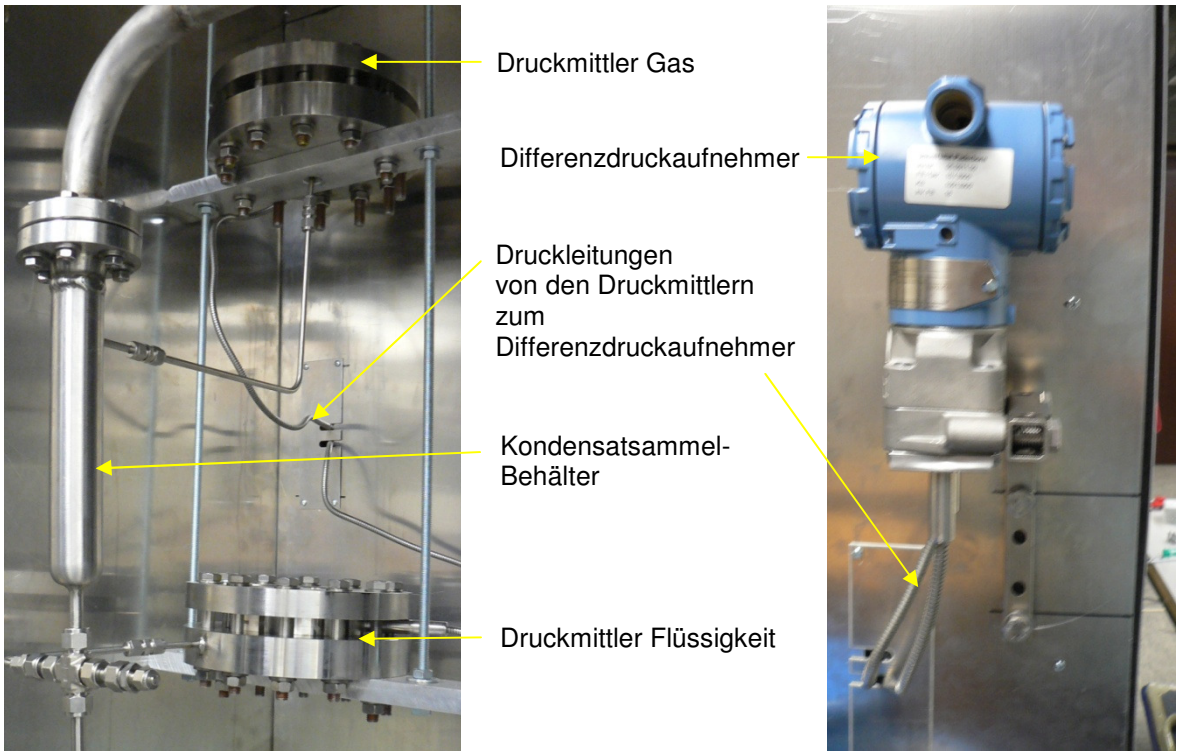


Bild 8.9: Vorrichtung zur Füllstandsmessung in der Klimakammer (links) und der außerhalb der Klimakammer montierte Differenzdruckaufnehmer (rechts).

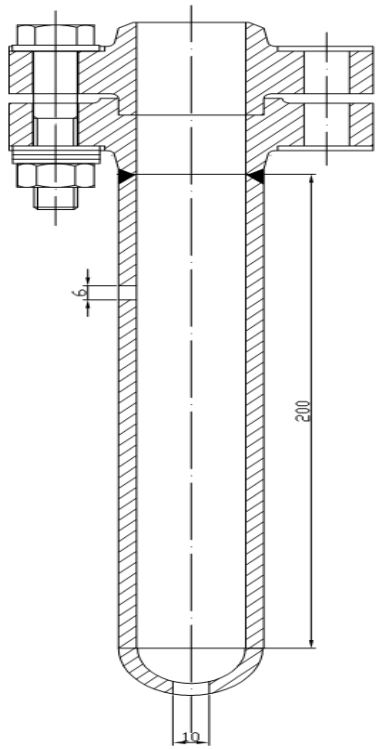


Bild 8.10: Kondensatsammelbehälter.

Bild 8.10 zeigt die Grundmasse des Kondensatsammelbehälters, der ein Gesamtregelvolumen von ca. 114 cm^3 hat und der mit 6 mm Rohrleitungen direkt mit dem Druckmittler des Differenzdruckaufnehmers verbunden ist.

Bild 8.11 zeigt, dass der Füllstand im Kondensatsammelbehälter mit dieser Methode und unter Verwendung von über Frequenzumformern drehzahlgeregelten Zahnradpumpen sehr genau eingestellt werden kann. Die Schwankungen des Füllstandes betragen maximal ±2 mm (ca. ±0,188 cm^3, Füllvolumen der Anlage ca. 12530 cm^3). Die dargestellten Ergebnisse wurden für den Betrieb mit reinem n-Pentan erzielt, das realisierte Verfahren hat sich inzwischen aber auch für den Betrieb mit hochviskosen Gemischen bewährt.

Bei dem hier eingesetzten Druckmessumformer handelt sich um einen hochpräzisen Sensor Rosemount 3051S. Nach dem Einbau wurde ein Nullpunktabgleich durchgeführt, und bei Bedarf kann der Druckmess-umformer durch Neueinstellung von Messanfang = Nullpunkt und Messende = Messbereichsgrenze neu eingestellt werden. Eine Optimierung der Regelparameter für den routinemäßigen Betrieb der Anlage kann über das Messprogramm problemlos durchgeführt werden, das so konzipiert ist, dass die Füllstandsabweichung während des Betriebes der Anlage beobachtet werden

kann, wobei die Regelparameter (P und I) simultan neu gesetzt werden (siehe Bild 8.11 rechts). Wie bereits erwähnt, wird die Dosierpumpe über das Messsignal geregelt:

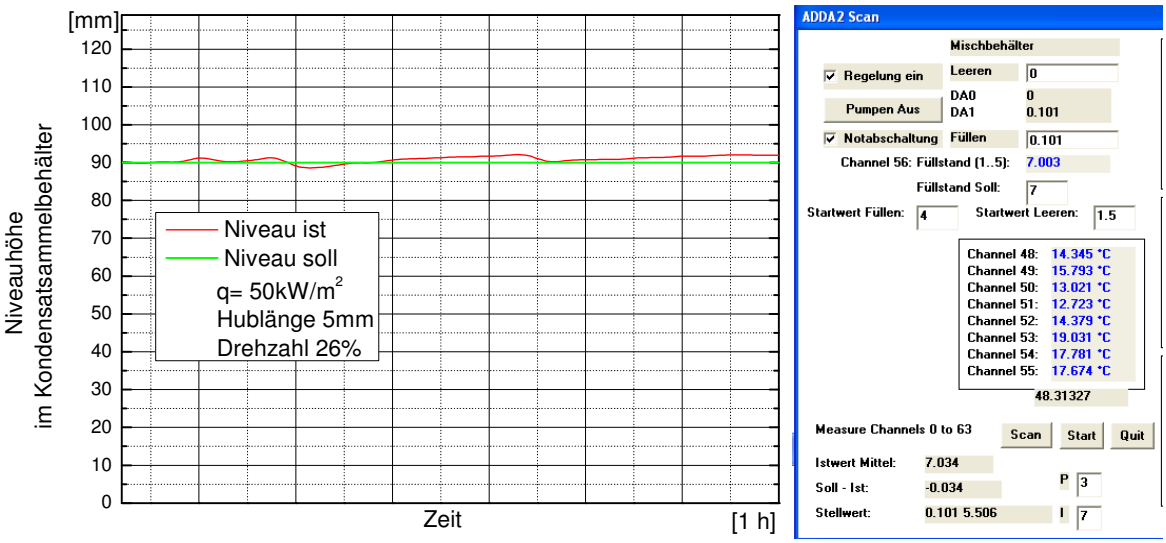


Bild 8.11: Füllstandsregelung und Messung mit einem PI-Regler bei Betrieb der Anlage (rechts) und Screenshots des entwickelten Regelprogramms (links).

8.5 Konstruktion der Klimakammer

Um einen stationären Zustand in der Messzelle zu gewährleisten und Wärmeströme über die Außenwand des Verdampfers zu minimieren, gleichzeitig aber den optischen Zugang nicht zu erschweren, befindet sich der Hochviskosverdampfer in einer thermostatisierten Klimakammer. Die Klimakammer hat die Abmessungen von (Höhe x Breite x Tiefe) 1800 mm x 1600 mm x 900 mm und besteht aus einem Aluminiumrahmen, dessen Zwischenräume mit 100 mm Isolierung ausgefüllt und jeweils von innen und außen mit 2 mm Aluminiumblech verkleidet sind. Das Außenblech ist zusätzlich über die gesamte Fläche mit Airoflex-Isolationsmaterial 10 mm beklebt worden, um Wärmeverluste an den Rahmen der Klimakammer zu minimieren. Das Sichtfenster an der Tür dient dem optischen Zugang zum Verdampfer, etwa um Details des Siedevorgangs oder der Blasenbildung mit (Hochgeschwindigkeits-) Kameras dokumentieren zu können, und wird während der Messung mit einem Isolationsdeckel verschlossen und nur kurz bei Videoaufnahmen geöffnet. Bei einem solchen Aufbau der Klimmkammer, wie in Bild 8.12 gezeigt, ist mit einem Wärmeverlust von ca. 1000 W zu rechnen.

Als Dichtung zwischen der Tür und der Klimazelle dienen zwei Silikonschläuche mit 14 mm Durchmesser und einer Wandstärke von 2 mm, die umlaufend auf den Rahmen der Klimakammer aufgeklebt sind /6/. Die Dichtkraft wird durch Türspannriegel aufgebracht, und die gesamte Innenwanne ist mit Hochtemperatur-silikon abgedichtet worden. Durch diese Ausführung der Abdichtung kann in der Klimakammer ein leichter Überdruck durch Speisung von Stickstoff erzeugt werden, um die Explosionsgefahr zu mindern, da durch ein Austreten von Versuchsstoff (n-Pentan) aus der Messzelle und eine Vermischung mit Sauerstoff ein explosives Gemisch entstehen kann. Als zweites Sicherungsglied dient eine Gaswarnanlage der Fa. Dräger (Messkopf SE Ex HT M, soll im Jahr einmal vom Hersteller kalibriert werden), die bereits bei 10 % der untere Zündgrenze die Anlage ausschaltet und eine Frühwarnung in akustischer und visueller Form sendet.

Für eine konstante Temperatur im Prüfraum sorgt ein Luftkanal (Bild 8.13), der aus einem Radialventilator (Volumenstrom 1750 [m^3/h]), einem Wärmeübertrager (für die Gegenkühlung mit Luft) und einer elektrischen Heizung (4 x 750 W, geregelt) besteht. Die Temperatur kann über einen Eurotherm (2216E)-Temperaturregler von 20°C bis 150°C stufenlos eingestellt und geregelt werden. Wie bereits erwähnt, ist die Messzelle mit Schaugläsern ausgestattet, die einen wesentlich anderen Ausdehnungskoeffizienten haben als Edelstahl und der Temperaturgradient soll darum 6 K/h nicht überschreiten. Als Sicherheits-maßnahme muss die Rampe im Temperaturregler bei der Temperaturverstellung in der Klimakammer begrenzt werden.

Beim Aufbau der Klimakammer wurde unter den für Siedeapparaturen typischen Randbedingungen auf langfristig konstante Temperaturen und geringe Temperaturgradienten in der Kammer Wert gelegt, um die Einflüsse auf die Wärmeübergangsmessungen zu minimieren. Bild 8.14 zeigt für zwei verschiedene Temperaturniveaus Temperaturen, die unten und oben in der Klimakammer gemessen wurden. Der beobachtete Temperaturgradient beträgt ±0,20 K und die Regelabweichung ±0,10 K. Um diese Temperaturschwankungen zu kompensieren und ihren Einfluss auf die Messergebnisse zu minimieren, ist die gesamte Messzelle mit 50 mm Airoflex isoliert worden.

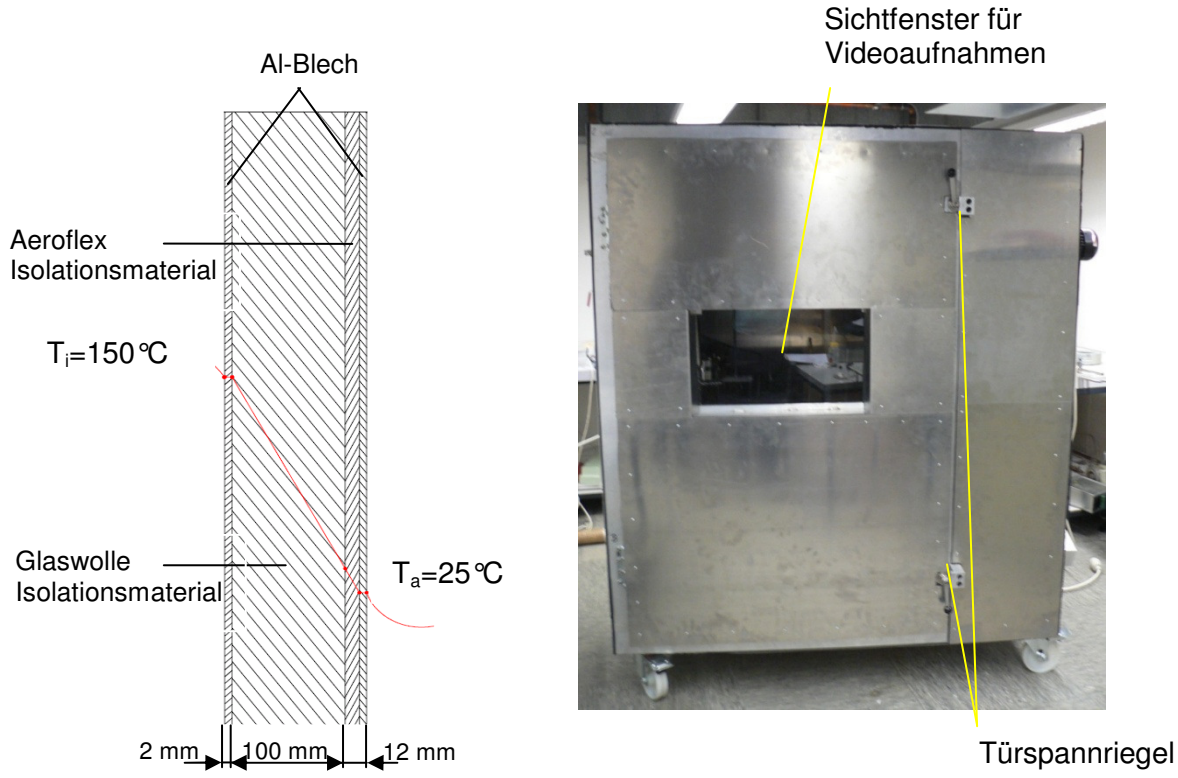


Bild 8.12: Klimakammer mit Sichtfenster und Wandaufbau.

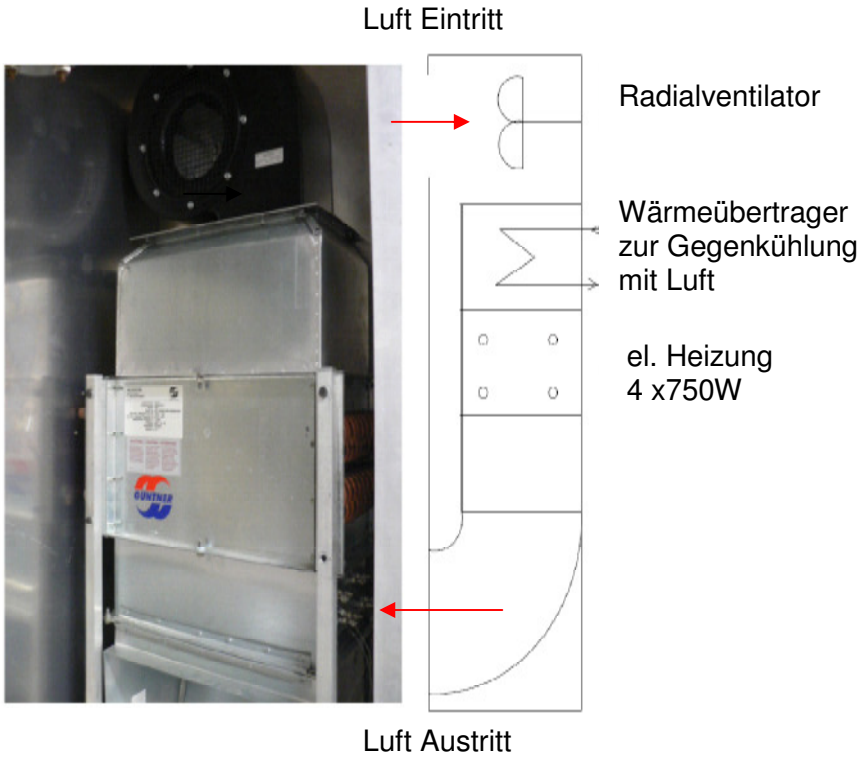


Bild 8.13: Luftkanal zur Regelung der Lufttemperatur in der Klimakammer.

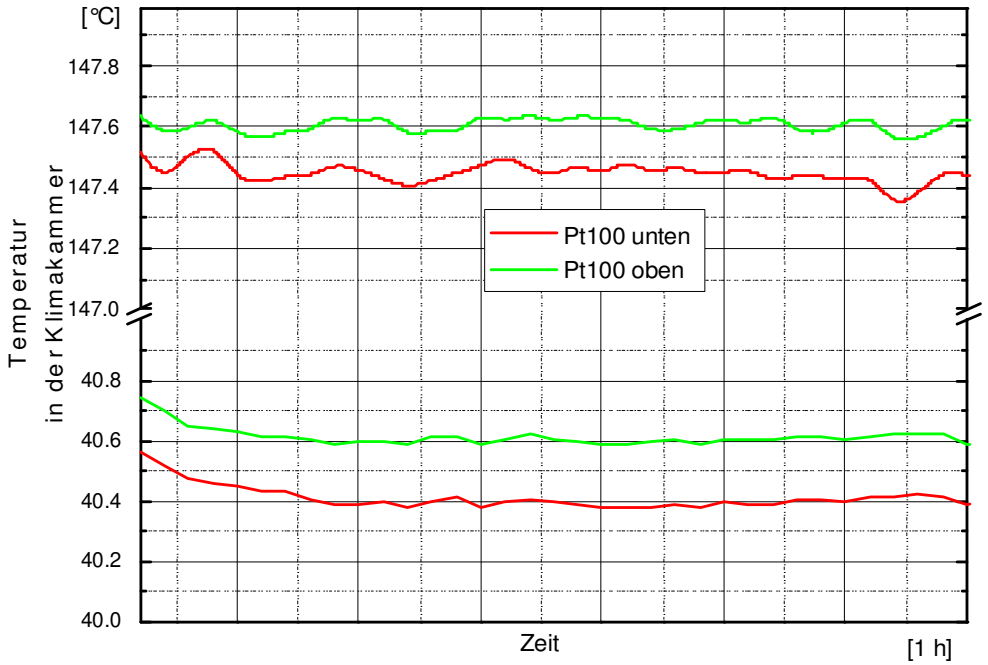


Bild 8.14: Temperatur oben und unten in der Klimakammer bei T_{soll} = 147,5 °C und T_{soll} = 40,5 °C.

8.6 *Aufbau des Versuchsrohres*

Die bisherigen Arbeiten zum Sieden von weitsiedenden Gemischen (z. B. die zuvor diskutierten Arbeiten zum Gemisch n-Pentan / n-Hexadekan haben gezeigt, dass die Anreicherung der schwerer siedenden Komponente an der Rohroberfläche zu einer drastischen Verschlechterung des Wärmeübergangskoeffizienten führt und somit sehr hohe Temperaturen an der Heizfläche des Versuchsrohres auftreten (siehe auch /6/, /53/). Der an der Universität Paderborn unter Leitung von Prof. Gorenflo entwickelte Aufbau von Versuchsrohren eignet sich daher nur bedingt für weitsiedende Stoffgemische. Die Temperatur dieser Rohre darf auch im Inneren 180 °C nicht überschreiten, da die Einbauten der Versuchsrohre mit Weichlot zusammengelötet werden. Im Detail wurde der Aufbau dieser Versuchsrohre in Kapitel 3.3 beschrieben.

Die Konstruktion des beim Sieden hochviskoser Gemische verwendeten Versuchsrohres ist weitgehend identisch mit derjenigen der weithin bekannten Versuchsrohre. Das Versuchsrohr (siehe Bild 8.15) besteht aus zwei Kupferrohren, die ineinander geschoben sind. Das Außenrohr besitzt einen Durchmesser von 8 mm und eine Gesamtlänge von 230 mm. Das Innenrohr (Durchmesser 5,92 mm) ist bis zur Mitte in koaxialer Richtung mit acht oder zwölf Nuten versehen, die

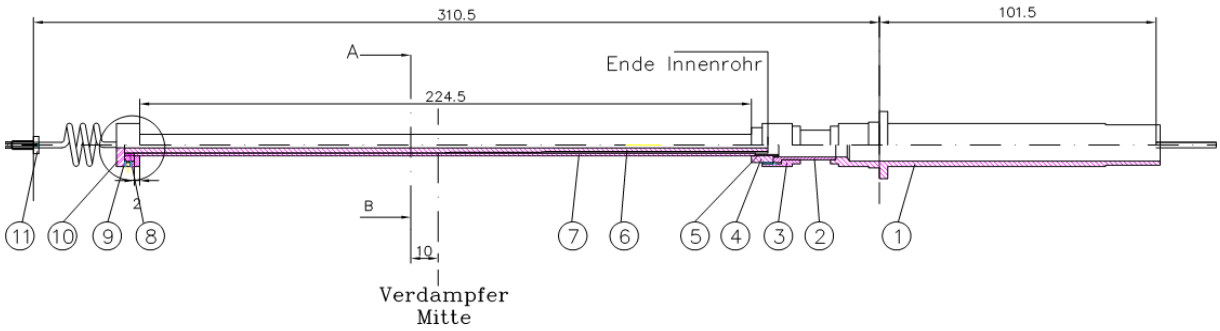
gleichmäßig über den Umfang verteilt sind. In den Nuten befinden sich Thermoelemente mit einem Durchmesser von 0,5 mm. Mittig ist im Innenrohr in koaxialer Richtung ein Heizleiter mit einem Durchmesser von 2 mm und einer beheizten Länge von 180 mm eingeschoben, der durch Gleichstrom beheizt wird. Zur Befestigung des Versuchsrohrs im Verdampfer ist das Rohr mit zwei Endkappen aus Edelstahl ausgestattet. Diese Kappen minimieren zugleich die axiale Wärmeleitung an den Enden. Alle Hohlräume des Versuchsrohres sind mit Wärmeleitpaste[1] ausgefüllt. An dieser Stelle unterscheiden sich die hier verwendeten Rohre von den konventionellen Versuchsrohren: Durch die Verwendung von Wärmeleitpaste anstelle von Weichlot lassen sich deutlich höhere Rohrinnentemperaturen realisieren. Gleichzeitig verschlechtert sich der Wärmeübergang zwischen den Thermoelementen und der Rohroberfläche geringfügig, doch führen die etwas größeren Temperaturgradienten bzw. die größere Unsicherheit der um Wärmeleitungseffekte korrigierten Oberflächentemperatur bei den für hochviskose Gemische typischen großen Temperaturdifferenzen zwischen Rohroberfläche und Siedeflüssigkeit nicht zu einer signifikant erhöhten Unsicherheit der Messwerte.

Wie bereits erwähnt, werden zur Bestimmung der Temperaturdifferenz Thermoelemente eingesetzt, die sich allerdings 1 mm unterhalb der Heizfläche befinden. Dies bedeutet, dass die gemessene Temperaturdifferenz um den Temperaturabfall zwischen der Messstelle und der Heizfläche korrigiert werden muss. Der Korrekturfaktor wird über die radiale Wärmeleitung rechnerisch ermittelt. In Bild 8.16 sind die Korrekturfaktoren für die zwei verschiedenen Bauarten der Cu-Versuchsrohre in Abhängigkeit der Wärmestromdichte aufgetragen.

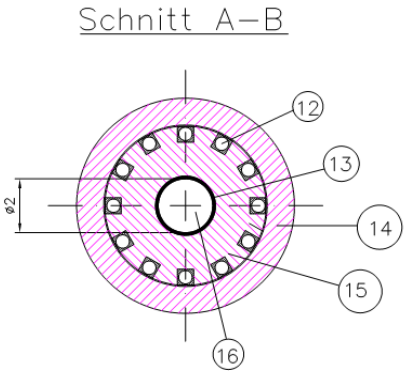
Bei den bisher für hochviskose Gemische durchgeführten Experimenten wurde geschmirgelte Oberflächen verwendet. Nach Abschluss der ersten Versuchsserie sollen die Rohre zur topografischen Oberflächenuntersuchung (siehe /2/, /31/ und Kapitel 3.3) und Anbringung von neuen Oberflächen an Frau Luke übergeben werden. Auf diese Weise soll der Oberflächeneinfluss beim Behältersieden hochviskoser Gemische zumindest qualitativ herausgearbeitet werden. Bisherige Beobachtungen bzgl. Blasenentstehung und Blasenwachstum legen nahe, dass

[1] Wärmeleitpaste Thermigrease TG 20033, λ = 3 W/m*K, für max. 1200 °C

die Rohroberflächen zwar eine Rolle spielen, ihr Einfluss aber geringer ist als beim Sieden reiner niedrigviskoser Stoffe.



1 Durchführungshülse
2 Übergangsstück
3 Überwurfmutter
4 Endkappe
5 Kupferhülse
6,15 Innenrohr
7,14 Außenrohr



8 Kupferhülse
9 Endklappe
19 Abschlussstück
11 Bolzen
12 Thermoelementnut
13 Wärmepaste
16 Heizleiter

Bild 8.15: Längsschnitt (oben) und Querschnitt (unten) durch das Versuchsrohr.

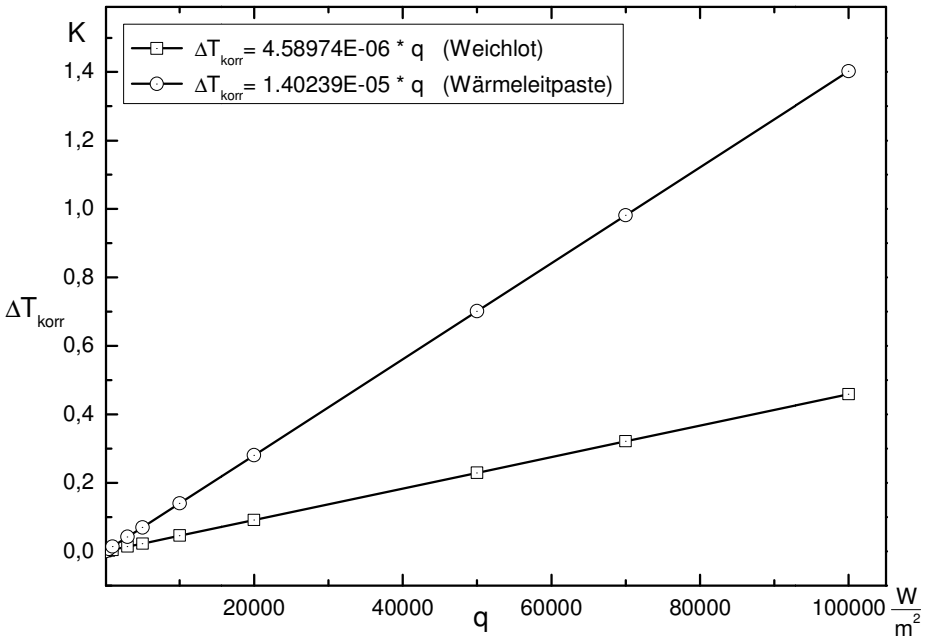


Bild 8.16: Korrekturfaktor in Abhängigkeit der Wärmestromdichte für die diskutierten Bauarten der Cu-Versuchsrohre.

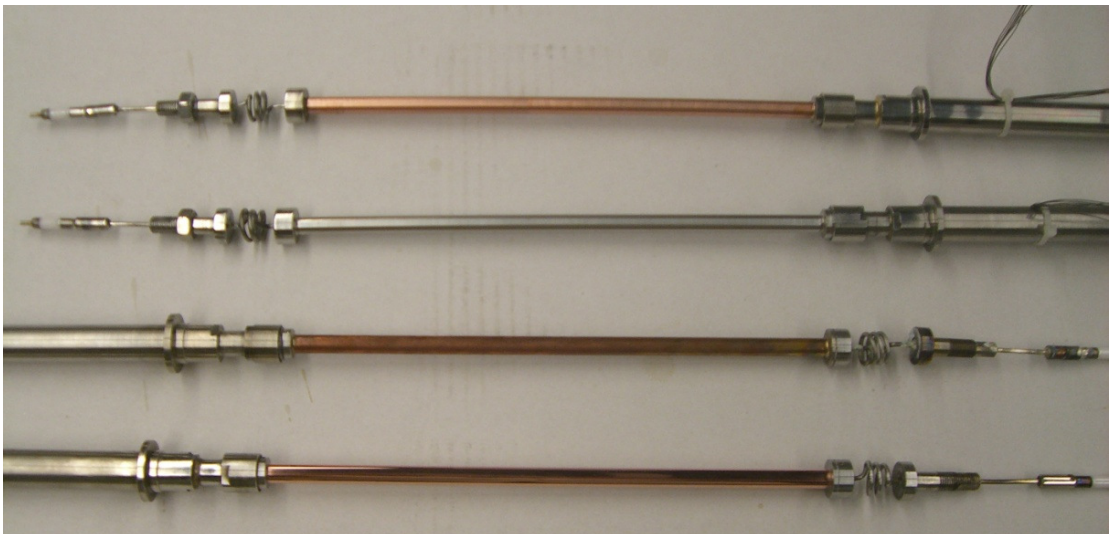


Bild 8.17: Versuchsrohre des neuen Typs (Außenrohr 3 x Kupfer und 1 x Edelstahl).

Bild 8.17 zeigt Versuchsrohre bei denen Heizfläche aus verschiedenen Materialien hergestellt ist und mit denen in Zukunft der Materialeinfluss der Heizfläche auf die Wärmeübertragung beim Sieden hochviskoser Gemischen untersucht werden soll.

8.7 Messeinrichtung und Messunsicherheitsbetrachtung

Bei der Auslegung der Messtechnik der Hochviskosanlage wurde insbesondere auf ein detailliertes Bild von Temperaturen bzw. Temperaturgradienten Wert gelegt. Aus diesem Grund verfügt die Anlage über die Möglichkeit, simultan an bis zu 50 Stellen Temperaturen zu messen. Damit liefert sie nicht nur Informationen zu Oberflächentemperaturen und mittleren Badtemperaturen, sondern bei geeigneter Anordnung der Temperaturmessstellen auch ein detailliertes Bild der Gradienten im Pool. Bild 8.18 zeigt die derzeit gewählte Anbringung der Temperaturmessstellen im Pool; bei Bedarf sind hier aber leicht Modifikationen möglich.

$$\alpha = \frac{q}{\Delta T} = \frac{Q}{A \cdot (T_w - T_S)} \tag{8.4}$$

Im folgenden Kapitel wird der Aufbau der Messtechnik beschrieben, insbesondere mit Blick auf die Messgrößen, mit denen die Bestimmung des Wärmeübergangskoeffizienten nach Gleichung 8.4 (siehe auch Gleichung 3.1) erfolgt. Anschließend wird die Messunsicherheit nach GUM /33/ bestimmt. Zum

Schluss werden die jeweiligen Abweichungen angegeben und für fünf verschiedene Wärmestromdichten einer Messreihe tabelliert dargestellt*:*

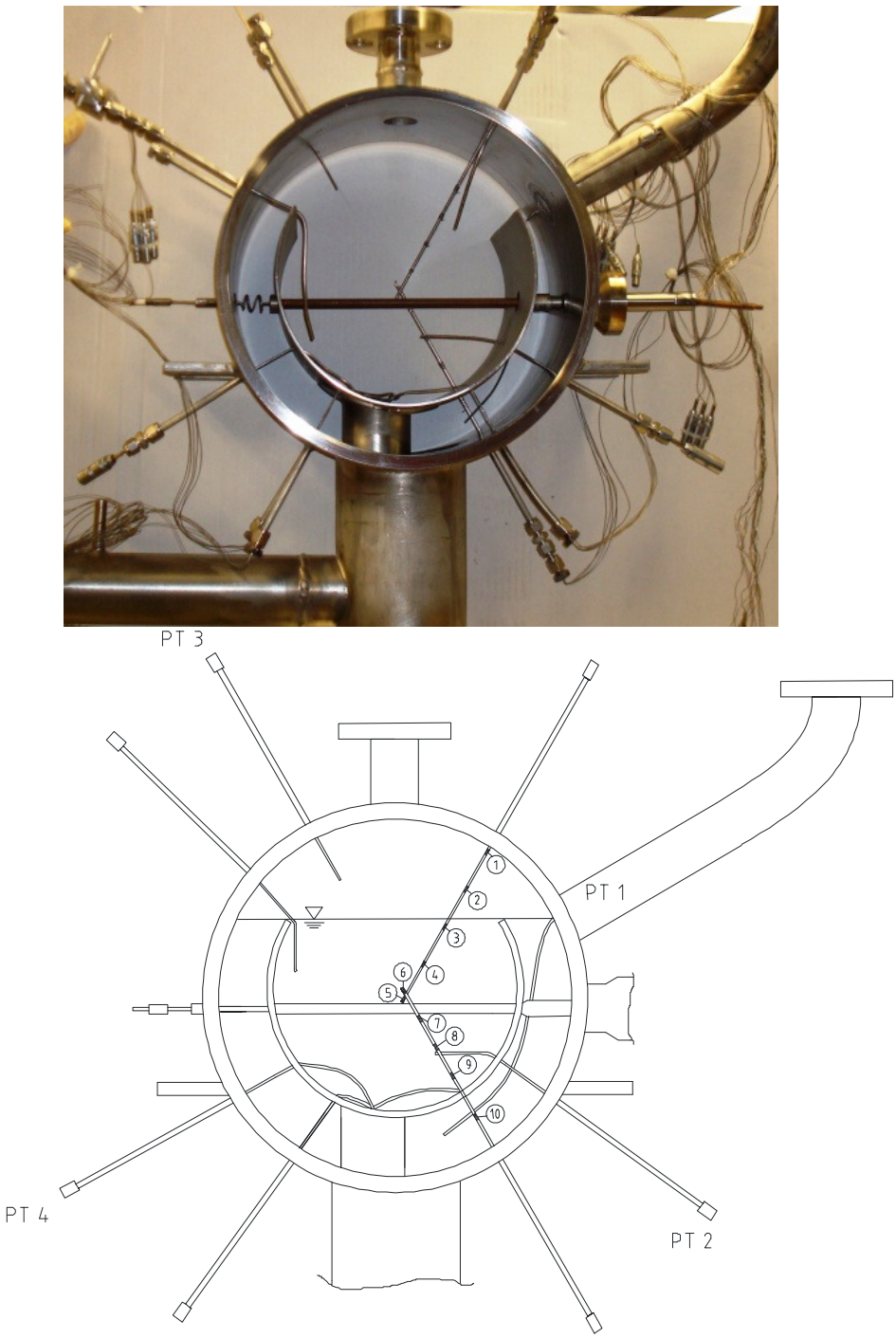


Bild 8.18: Verdampfer mit installierten Thermometern und schematische Darstellung der Anordnung der Thermometer im Verdampfer (4 x PT100, 1 bis 10: Thermoelemente für absolute Temperatur-messungen, 15 (nicht explizit dargestellt, max. 24) Thermoelemente zur Messung von Temperaturdifferenzen).

Die **Wärmestromdichte** ergibt sich aus der Oberfläche des Versuchsrohres und dem Wärmestrom, der aus Strom und Spannung nach Gleichung 8.5 berechnet wird. Mit Hilfe eines elektrischen Schaltkreises, der in Bild 8.19 dargestellt ist, werden Strom und Spannung mit einem 7 ½ -Digit-Digital-Multimeter (Agilent 34420A) gemessen:

$$q_{\mathrm{Rohr}} = \left(U_{\mathrm{Rohr}} - R_{\mathrm{KE}} \cdot I_{\mathrm{Rohr}}\right) \cdot \frac{I_{\mathrm{Rohr}}}{A_{\mathrm{Rohr}}} = \left(U_2 \cdot \left(\frac{R_2}{R_1} + 1 \right) - R_{\mathrm{KE}} \cdot I_{\mathrm{Rohr}} \right) \cdot \frac{I_{\mathrm{Rohr}}}{A_{\mathrm{Rohr}}} \qquad (8.5)$$

Die **Strommessung** erfolgt nicht direkt, sondern der Spannungsabfall (U_3) wird durch den zwischengeschalteten Präzisionswiderstand R_3 von 10 mΩ nach dem Ohmschen Gesetz berechnet. Hier ist der Unsicherheitsbeitrag des festen Widerstands und der Spannungsmessung relevant. Der Hochpräzisionswiderstand (1153S, Burster) wird mit einer Unsicherheit von ±0,02 % des Messwerts angegeben. Die mögliche Abweichung der Spannungsmessung ist dem Handbuch des Digitalmultimeters (Agilent 34420 A, Agilent Technologies) entnommen worden, wobei für die jeweiligen Messbereiche eine entsprechende Gleichung für die Bestimmung der Messunsicherheit des Messgerätes benutzt werden soll.
Entsprechend ist der Unsicherheitsbeitrag, absolut gesehen, messwertabhängig. Mit zunehmender Spannung nimmt dieser zu. Die jeweiligen Werte werden für den relativen Messunsicherheitsbeitrag auf den Messwert bezogen. Die Größenordnung beläuft sich dabei auf etwa ±0,025 %.

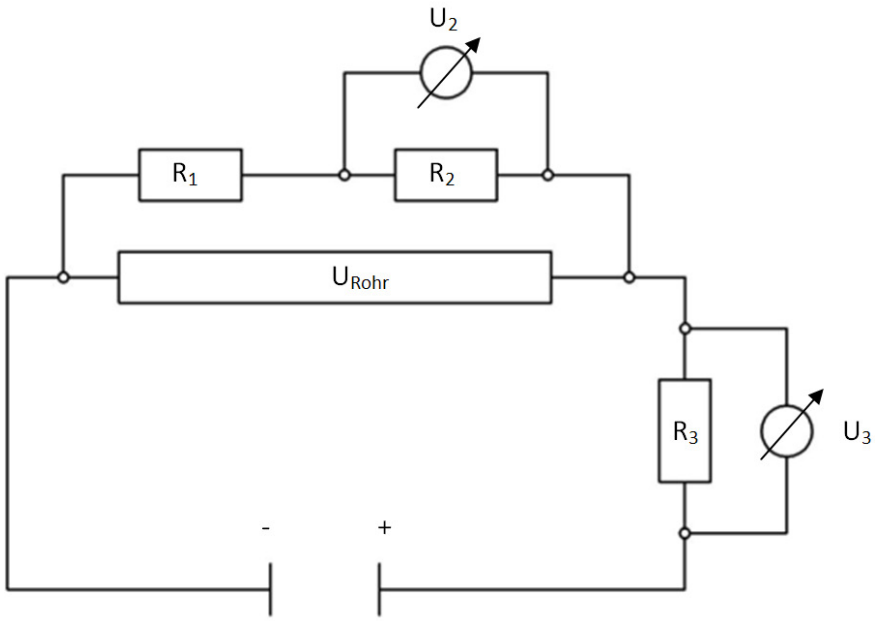


Bild 8.19: Elektrischer Schaltkreis zur Spannung und Strommessung des Versuchsrohres.

Die **Spannung,** die am Versuchsrohr anliegt, wird ebenfalls nicht explizit gemessen, sondern über die Messung der Spannung U_2 und über die Spannungsteilerregel nach Gleichung 8.6 gerechnet, wobei es sich bei den festen Widerständen R_1 und R_2 um Hochpräzisionswiderstände der Firma Burster handelt, die eine Genauigkeit von 0,02% haben. Hierbei ist vor allem der Spannungsabfall an dem kalten Heizleiterende zu berücksichtigen. Der Messfehler der Spannung wird zusammengefasst bei der Wärmestromdichte aufgeführt.

$$U_{\text{Rohr}} = \left(\frac{R_2}{R_1} + 1 \right) \cdot U_2 \tag{8.6}$$

R_1 … fester Hochpräzisionswiderstand [100 kΩ]

R_2 … fester Hochpräzisionswiderstand [1 kΩ]

Hierbei wird die Strom- und Spannungsversorgung mit einem Hochleistungsnetzteil mit einer Spannungsstabilität von 1 mV erzeugt. Dieses Netzteil ist mit LCD-Kontrollanzeigen jeweils für Strom und Spannung versehen. Für die benötigte Heizleistung wird die Ausgangsspannung stufenlos über einen Grob- und einen Feinregler eingestellt. Der Fehler, der durch die Instabilität des Netzteiles verursacht werden kann, kann vernachlässigt werden.

Die **Wärmeübertragungsfläche**, die im vorliegenden Fall die Heizfläche des Heizrohres darstellt, ergibt sich als Mantelfläche eines Zylinders. Als Mess- und Fertigungstoleranzen sind für den Durchmesser 0,05 mm und für die Länge 0,2 mm angegeben. Eine Berücksichtigung entsprechender Einflüsse aufgrund der Oberflächenrauigkeit ist per allgemeiner Definition des Wärmeübergangskoeffizienten nicht notwendig.

Beim Versuchsrohr handelt es sich um einen homogenen Körper, weshalb die Messunsicherheit an jeder Stelle als gleich groß angenommen wird. Betrachtet werden dabei Einflüsse aufgrund von möglichen Abweichungen bezüglich des Durchmessers und der Länge. Somit ergibt sich für die Messunsicherheit der Fläche eine relative Unsicherheit von etwa ±0,7429%.

Messunsicherheit der Wärmestromdichte

Anhand der Gleichung 8.5 wird deutlich, dass mehrere Einflussfaktoren von zentraler Bedeutung sind. Hierzu zählen die Unsicherheitsbeiträge der beiden

verwendeten Hochpräzisionswiderstände, die der kalten Enden, die jeweils laut Hersteller mit 0,01 % aufgeführt sind, sowie die möglichen Abweichungen der Flächen-, Strom- und Spannungsmessung, deren Unsicherheit auch durch die Ungenauigkeit des Messgerätes charakterisiert ist.
Die durchgeführten Berechnungen haben gezeigt, dass die Einflussdimension der bereichsabhängigen Größen sehr klein ist. Minimale Schwankungen sind erst ab der dritten Nachkommastelle zu erwarten, weshalb die vorhandenen Abweichungen vom Sollwert für jeden Bereich in derselben Größenordnung liegen. Der Messunsicherheitsbeitrag der Wärmestromdichte ist somit maßgeblich vom Flächenfehler abhängig und hat eine Größenordnung von etwa ±0,7435%.

Bei der **Temperaturmessung** muss zwischen Temperaturdifferenzen und Absoluttemperaturen differenziert werden. Wie bereits erwähnt, werden Temperaturen mit Platinwiderstandsthermometern und Thermoelementen gemessen. Die Position der Temperaturmessfühler ist in Bild 8.14 dargestellt. Der Aufbau der Messkette ist gleich demjenigen der bereits in Kapitel 3.4 beschriebenen Messkette, weshalb hier näher auf Messunsicherheit und Kalibrierverfahren eingegangen wird.

Messunsicherheit der Temperaturdifferenz

Die Messunsicherheit bei der Messung der Temperaturdifferenz setzt sich aus den Anteilen der Toleranzen der Thermoelemente, des Verstärkers, der A/D-D/A-Karte, des Temperaturgradienten im Kupferquader (Steckplätze von TE), des Nullpunktdrifts und des Umrechnungsfehlers des Messrechners von Volt in Kelvin zusammen.
Der Unsicherheitsbeitrag des Thermoelements besteht aufgrund der Nullpunktskorrektur hauptsächlich aus der Abweichung der Thermospannungskurve. Da zur Bereitstellung der Referenztemperatur ein zweites Thermoelement verwendet wird, ergibt sich somit nach DIN IEC 584 ein möglicher Fehler von 0,8 % ΔT.
Die Unsicherheit des Verstärkers lässt sich mit einem Offset- und einem Gain-Wert angeben. Der erstgenannte Wert ist durch eine Verstärkerkalibirierung getilgt worden. Der Gain kann bei einem Faktor von 1000 um ±1 schwanken, was 0,1 % entspricht.

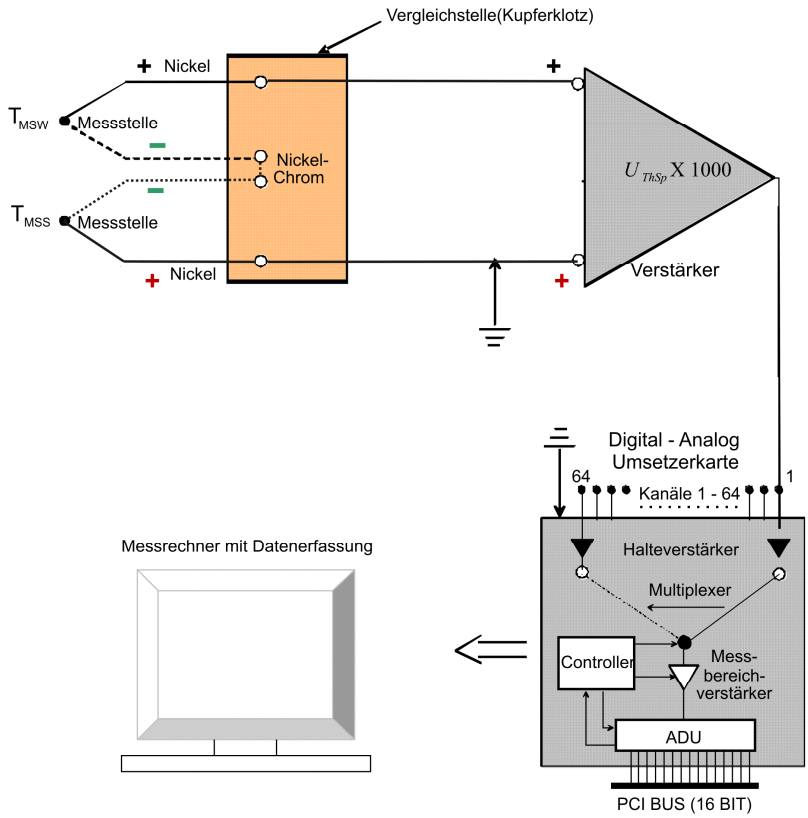


Bild 8.20: Schematische Darstellung der in der Versuchsanlage angewendeten Temperaturmesstechnik mit Nickel/Chrom-Nickel-Thermoelementen für die Messung der Temperaturdifferenz.

Der Fehleranteil der A/D-D/A-Karte setzt sich für den verwendeten Messbereich von ±10 V aus vier sich addierenden Komponenten zusammen, die Offset, Gain, integrale Linearität (ILE) und differentielle Linearität (DLE) darstellen. Die Unsicherheit wir in der Form eines Vielfachen des „last significant bits“ (LBS) angegeben. Der Hersteller gibt diese Werte für Offset mit ±1,5 LSB, Gain mit ±1,5 LSB, ILE mit ±2 LSB und DLE mit ±1,75 LSB an. Durch entsprechende Kalibrierungen konnte der maximale Fehler auf ±3,75 LSB gesenkt werden. Bei einer Auflösung von 16 bit, was einer Datenbreite von 2^{16} = 65536 bit entspricht, liegt also eine Messunsicherheit von ±0,057 ‰ vor. Unter Annahme einer idealen Übertragung des Messsignals von der A/D-D/A-Karte zum Messrechner kann dieser Wert im Vergleich zu den anderen Komponenten vernachlässigt werden.
Zudem kann die Temperaturverteilung im Kupferklotz nicht als ganz isotherm angesehen werden. Der vorliegende Temperaturgradient bewirkt eine Mess-unsicherheit, die in der Größenordnung von ungefähr 2 mK liegt.

Zusätzlich muss noch eine Nullpunktsdrift von ±10 mK berücksichtigt werden. Hinzu kommt ein Umrechnungsfehler des digitalen Spannungswertes in einen Temperaturwert, der auf 0,001 K genau iteriert wird.

Da die letztgenannten Größen für jeden Temperaturbereich konstant sind, ist eine Abnahme der relativen Fehler mit Zunahme des Temperaturbereiches zu beobachten, da dieser Anteil entsprechend weniger gewichtet wird (Bild 8.21):

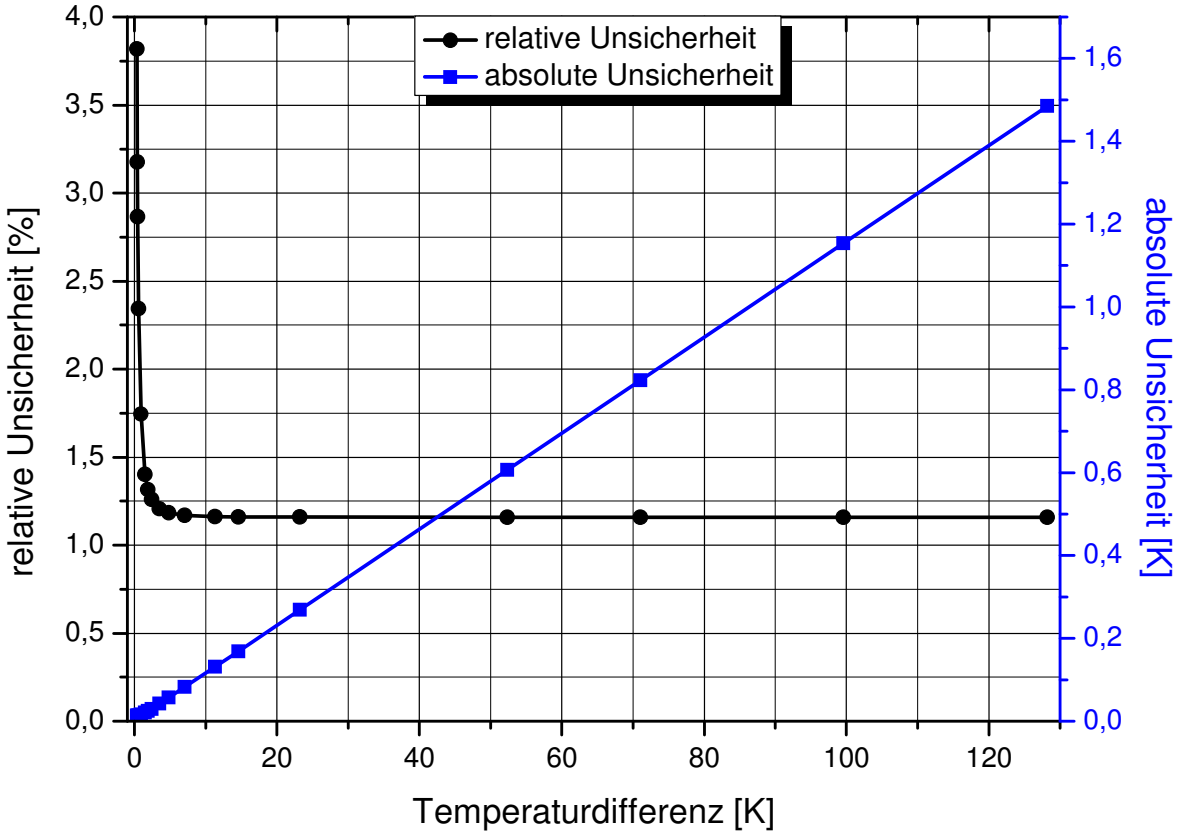


Bild 8.21: Absolute und relative Messunsicherheit der Temperaturmessung (ΔT).

Somit liegt die ermittelte Unsicherheit bei der Messung kleiner Temperaturdifferenzen bei einem Wert von bis zu 3,82%, der jedoch bei Zunahme der Wandüberhitzung gegen einen endlichen relativen Wert strebt. Somit kann der mögliche Fehler ab ΔT = 10K mit 1,16% als konstant angesehen werde

Messunsicherheit des Wärmeübergangskoeffizienten α

Anhand der Messunsicherheitsermittlung der vorangegangenen Kapitel sind die Voraussetzungen gegeben, um den Gültigkeitsbereich des gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten α anzugeben. Ausgehend von Gleichung 5.7, werden

hierfür entsprechend $u_c(\Delta T)$, $u_c(Q)$ und $u_c(A)$ benötigt. Gemäß der Vorgehensweise nach GUM und der Angabe von erweiterten Messunsicherheiten sind die ermittelten Werte als Normalverteilungen anzusehen. Somit ergeben sich ein Divisor von 2 und eine Erweiterung in derselben Größenordnung, die sich gegenseitig aufheben. Folglich lässt sich neben der zu Vergleichszwecken verwendeten Methode die Messunsicherheit des Wärmeübergangskoeffizienten α gemäß Gleichung 8.7 aus den relativen Anteilen ermitteln.

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T}\right)^2 + \left(\frac{\Delta q}{q}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T}\right)^2 + \left(\frac{\Delta Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2} \tag{8.7}$$

Da die beiden erstgenannten Werte, wie beschrieben, messwertabhängig sind, ist zur Entlastung ein EXCEL-Sheet erstellt worden (Anhang A1). Dieses macht es möglich, durch die Eingabe der gemessenen Werte die zugehörigen Messunsicherheiten zu erhalten. In Tabelle 8.1 sind sie für 5 unterschiedliche Wämestromdichten (54,908; 512,528; 5022,341; 41583,7; 99576,3) aufgelistet.

Tabelle 8.1: Messunsicherheitsbeiträge für fünf verschiedene Messpunkte.

q [kW/m2]	ΔT_M [K]	$\Delta A/A$ [%]	$\Delta l/l$ [%]	$\Delta q/q$ [%]	$\Delta T/T$ [%]	$\Delta\alpha/\alpha$ [%]
99576,3	23,187		0,024%	0,743%	1,16%	1,379%
41583,7	11,302		0,025%	0,744%	1,16%	1,38%
5022,34	3,492	0,743%	0,024%	0,744%	1,21%	1,42%
512,52	1,492		0,025%	0,745%	1,40%	1,59%
54,90	0,562		0,026%	0,745%	3,82%	3,89%

Mit der Feststellung, dass die Messunsicherheit für die Einflussgrößen der Wärmestromdichte und der Wandüberhitzung ab 10 K einen konstanten relativen Wert beträgt, strebt auch die Unsicherheit des Wärmeübergangskoeffizienten von dieser Stelle an gegen 1,38%.

Messunsicherheit der Platin-Widerstandsthermometer

Für eine genaue Absoluttemperaturmessung wird in der Klimazelle und vor allem im Pool mit Platin-Widerstandsthermometern (PT100) gemessen. Die Zuordnung des Wärmeübergangskoeffizienten zur Siedetemperatur der Flüssigkeit wird mit dem als intern bezeichneten PT_2 gemessen. Die anderen PT-s (PT_1, PT_3, PT_4), die sich im Pool befinden, dienen der Überwachung von möglicherweise entstehenden Temperaturgradienten und einem Vergleich mit Thermoelementen, die auch zur Absoluttemperaturmessung dienen und sich ebenfalls im Pool befinden (Bild 8.18).

Pt_5 und Pt_6 messen die Referenztemperatur in den beiden Kupferklötzen, die als Steckplätze für die Thermoelemente dienen, welche die Absoluttemperaturen[1] im Pool messen.

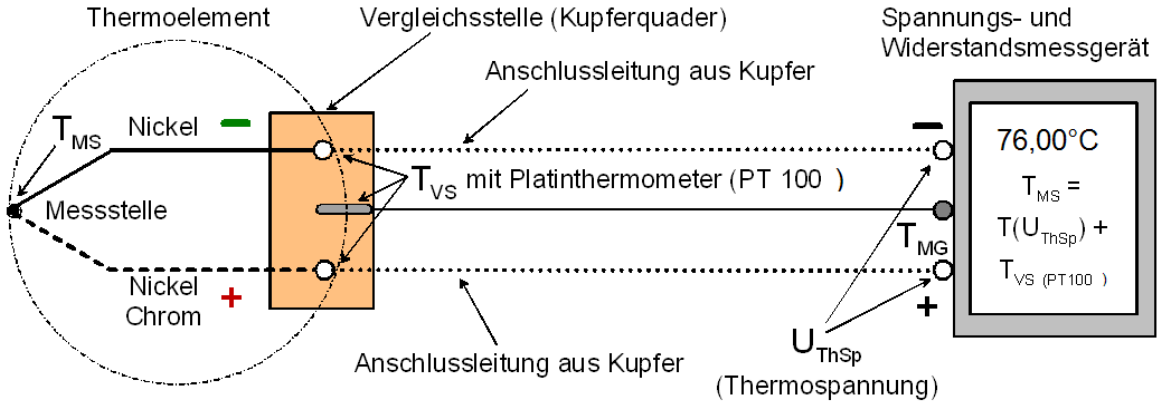


Bild 8.22: Schematische Darstellung der in der Versuchsanlage verwendeten Temperaturmesstechnik mit Nickel / Chrom-Nickel-Thermoelementen für die Messung der Absoluttemperatur im Verdampfer /6/.

PT_7 und PT_8 messen die Temperatur in der Klimakammer. Anordnung und Position der Platin-Widerstandsthermometer können aus Bild 8.5 und Bild 8.18 entnommen werden.

Alle acht genutzten Platin-Widerstandsthermometer wurden vor dem Gebrauch sorgfältig kalibriert. Die Kalibrierung wurde für den Temperaturbereich von 0°C bis 150°C durchgeführt. Als Referenztemperaturmesskette wurde ein spektralreines

[1] Absoluttemperatur der Thermoelemente setzt sich aus Summe der Temperaturdifferenz, zwischen Siedeflüssigkeit im Poll und Vergleichsstellt, und der Temperatur im Kupferquader.

PT25 und eine Präzisionsmessbrücke ASL F17, die eine Unsicherheit der gesamten Messkette von 5 mK hat, verwendet. Das genaue Kalibrierverfahren ist in /54/ detailliert beschrieben.

Nach der Kalibrierung ist eine Messunsicherheitsbetrachtung möglich. Hierbei wird die von Callender entwickelte quadratische Gleichung 8.8 für Platin-Widerstandsthermometer als Modellgleichung verwendet. Zur Kennlinienanpassung und Bestimmung der Koeffizienten R_0, A und B wird das in /54/ beschriebene mathematische Verfahren verwendet.

$$R(t) = R_0 \cdot (1 + At + Bt^2) \tag{8.8}$$

Tabelle 8.2: Messunsicherheitsbeiträge der Platin-Widerstandsthermometer

	R_0 [in Ω]	A	B	Unsicherheit [in K]
PT1	100,0228	3,9100·10-3	-6,0663·10-7	0,076
PT2	99,9313	3,9074·10-3	-6,3124·10-7	0,078
PT3	99,9870	3,9274·10-3	-7,4414·10-7	0,216
PT4	99,8785	3,9369·10-3	-7,1377·10-7	0,153
PT5	99,9912	3,9210·10-3	-6,3259·10-7	0,028
PT6	100,0755	3,9174·10-3	-6,3940·10-7	0,021
PT7	99,9350	3,9170·10-3	-6,0618·10-7	0,055
PT8	99,9067	3,9222·10-3	-6,5000·10-7	0,091

Tabelle 8.2 enthält die angepassten Koeffizienten der Kennlinie und die Gesamtunsicherheit der Platin-Widerstandsthermometer, die nach GUM bestimmt worden ist. Als Beispiel wurde für PT_2, PT_5, PT_6 die Fehlerrechnung im Anhang A1 als Tabelle angegeben, wobei alle berücksichtigten Fehler ausgeführt sind.

Der **Siededruck** wird mit Präzisions-Druckaufnehmern der Firma Sensotec (Modell Honeywell Super TJE, AP111) gemessen. Für diese Zwecke sind zwei Drucksensoren für verschiedene Messbereiche von 0 bis 5 bar und von 0 bis 30 bar benutzt worden. Die Druckaufnehmer sind mit einem 6-mm-Rohr direkt mit dem Verdampfer verbunden. Um Einflüsse infolge der hohen Temperaturen bis zu

150 °C zu vermeiden, wird der Druckmesskreislauf außerhalb der Anlage auf der gleichen Höhe wie der Messpunkt konstruiert. Durch diesen Aufbau werden Einflüsse aus der geodätischen Höhendifferenz weitestgehend ausgeschlossen.
Die Druckaufnehmer sind vor ihrem Einsatz kalibriert worden. Als Referenzdruck wurde ein Hochpräzisions-Druckmesskreislauf genutzt /55/. Die Abweichung des Referenzdruckes kann mit Gleichung 8.9 gerechnet worden. So ergibt sich z. B. für einen Druck von 30 bar eine Abweichung von 0,014% und bei 5 bar eine von 0,05%.

$$\frac{\Delta p}{p} \leq \left(\frac{0{,}001\ \text{MPa}}{p} + 0{,}01 \right) \% \tag{8.9}$$

Diese Art von Drucksensoren basiert auf dem Dehnungsmessstreifenprinzip, wobei die Druckänderung eine elastische Verformung der Membran bewirkt, mit der die Ohmschen Widerstände mit einer Wheatstone´schen Messbrücke verschaltet sind (Bild 8.20). Aus der Änderung des Spannungsabfalls in der Wheatstone´schen Messbrücke und der Versorgungsspannung kann der Druck nach Gleichung 8.10 errechnet werden.

$$p\left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) = A + B \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) + C \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right)^2 \tag{8.10}$$

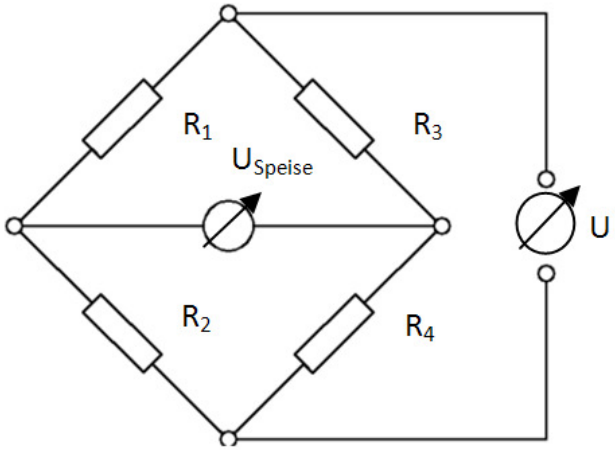


Bild 8.20: DMS-Anordnung zu einer Wheatstone´schen Messbrücke.

Die mögliche Messunsicherheit der Druckmessung setzt sich aus den Anteilen des Drucksensors und denen des Messgerätes zusammen. Die mögliche Messungenauigkeit des Sensotec STJC AP111 ist durch die Kalibrierung und die

zugehörige Regressionsrechnung charakterisiert. Zudem sind eine Abweichung des Referenzdrucks gemäß Gleichung 8.9 und die Messunsicherheit durch das Messgerät zu berücksichtigen. Der Gesamtfehler nach GUM für den Drucksensor bis 5 bar beträgt 0,036%.

Aufgrund der doppeltwirkenden Gleitringdichtung an der Zahnradpumpe ist das Druckniveau auf 16 bar limitiert. Somit ergibt sich für diesen höchsten Wert von 16 bar eine Messunsicherheit nach GUM für den Drucksensor für höhere Drucke von 0,151%.

8.8 *Messwerterfassung, Steuerung und Regelung des Prozesses*

Für die Erfassung der Sensorsignale und die Steuerung bzw. Regelung der Hardware wurde ein auf dem Messrechner laufendes Visual Basic-Programm[1] mit grafischer Benutzeroberfläche erstellt. Die Sensorsignale der PT100-Thermometer, der Druckaufnehmer und die Messwerte für Strom und Spannung, die am Versuchsrohr anliegen, werden über einen Multiplexer mit einem 7½-Digit-Digitalmultimeter erfasst.

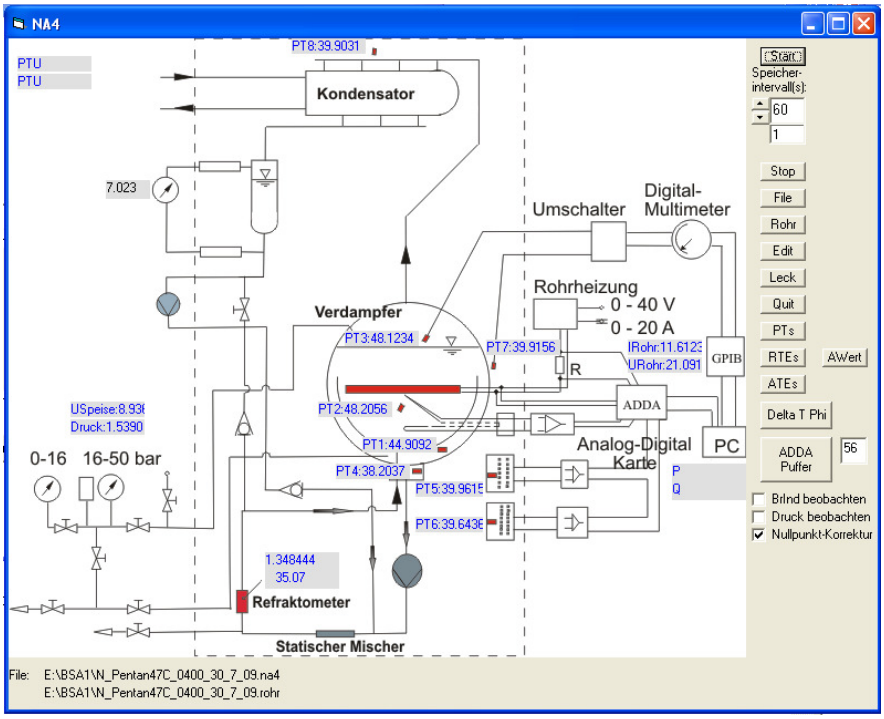


Bild 8.21: Screenshot des entwickelten Mess- und Regelprogramms.

[1] Das Messprogramm entstand in seiner Grundstruktur an der Universität Paderborn unter Leitung von Dipl. Physikingenieur Elmar Baumhögger, und wurde für die hier beschrieben Anlage angepasst.

In Bild 8.21 ist eine Bildschirmaufnahme der grafischen Benutzeroberfläche des Messprogramms zu sehen. Im Hintergrund befindet sich die Schemazeichnung der Versuchsanlage, in der die aktuellen Messwerte der jeweiligen Sensoren in den Kästchen erscheinen. Ein Messdurchlauf aller Sensoren mit Speicherung der Messdaten dauert ca. 1 Minute. Diese Zeitdauer ergibt sich aus der Messkanalabfrage durch den Multiplexer, wobei jeder Kanal für die Mittelwertbildung eine bestimmte Anzahl von Abfragen benötigt. Bei den Kanälen, die mit PT100 belegt sind, werden die ersten drei Messwerte aufgrund der Selbsterwärmung nicht zur Mittelwertbildung genutzt. In dem Messprogramm sind Berechnungsgleichungen zur Umrechnung von Signalen wie auch zur Auswertung der Messdaten hinterlegt.

Parallel zu dem oben beschriebenen Programm werden mit dem zweiten Messprogramm (Bild 8.22) die Messsignale von den Thermoelementen für die Regelung des Füllstandes und die Steuerung der Pumpen, die durch die in den Messrechner integrierte Analog/Digital (A/D-D/A)-Karte erfasst werden, zusammen mit den Messdaten aus dem ersten Programm abgespeichert. Die interne Speicherfrequenz der A/D-Karte beträgt ca. 1,5 Sekunden, d. h. in einem Messzyklus werden etwa 40 Messwerte zur Mittelwertbildung benutzt.

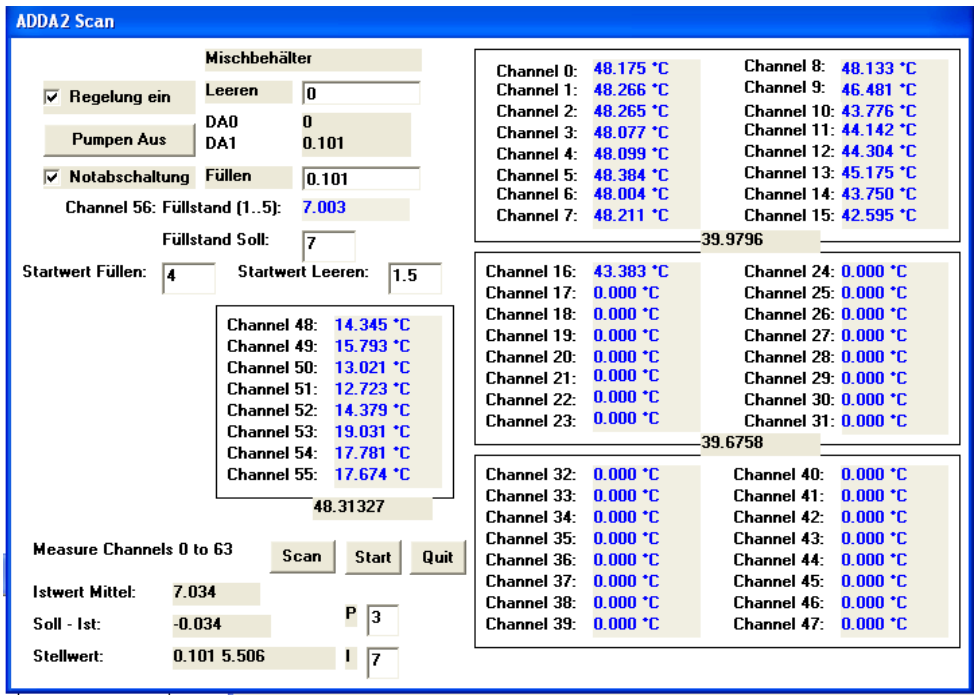


Bild 8.22: Screenshots des Programms zum Auslesen der verwendeten A/D-Karte.

Sowohl das Messprogramm als auch die Hardware sind so ausgelegt, dass man die Anzahl der Messfühler variieren oder durch Umstecken von Thermoelementen wahlweise Temperaturdifferenzen oder Absoluttemperaturen messen kann. Auf diese Weise kann die Festlegung der Referenztemperatur im Pool ggf. an beobachtete Temperaturgradienten angepasst werden.

Ein Messpunkt wird für zufriedenstellend erklärt, wenn mindestens drei Messläufe eine nahezu konstante Temperaturdifferenz (von 1% der gemessenen Temperaturdifferenz zwischen der Siedeflüssigkeit und der Heizfläche) aufweisen, und eine Messreihe ist dann gelungen, wenn der Siededruck konstant bleibt. Für die Temperaturdifferenz können die Messwerte in einem Diagramm angezeigt werden, wobei die Auflösung durch eine Zoom-Funktion zur detaillierten Ansicht der Messwerte genutzt wird. Für die Druckbeobachtung kann während der Messung ein Fenster aufgerufen werden, in dem der aktuelle Druckverlauf in einem Diagramm angezeigt wird (im Sekundentakt). Die Druckregelung erfolgt durch einen Umwälzthermostaten (Fa. Julabo, Typ Presto LH85) der an den Kondensator angeschlossen ist und mit einer Genauigkeit von $\Delta p < 0{,}01$ bar geregelt wrden kann.

8.9 Versuchsvorbereitung und -durchführung

Im Prinzip wurden Versuchsvorbereitung und -durchführung wie bei der Anlage für niedrigviskosen durchgeführt (siehe Abschnitt 3.5). Aufgrund der Konstruktion der Zahnradpumpe, die mit einer doppeltwirkenden Gleitringdichtung zur Abdichtung der Antriebswelle ausgestattet ist, muss darauf geachtet werden, dass der Druck in der Gleitringdichtung immer höher ist als in der Messzelle. Da dieser Überdruck mit Stickstoff erzeugt wird, der auf das Gemisch[1] im Sperrbehälter wirkt, kann es vorkommen, dass Stickstoff in die Messzelle eindringt. Aus diesem Grund sollte der Druck im Sperrbehälter den in der Messzelle herrschenden Druck nicht um mehr als 0,5 bar überschreiten. Wenn es zu einer Erhöhung des Siededrucks kommt, soll es vor jeder Messreihe in der Messzelle über eine Leitung am Kondensator kurz zu einer Entlüftung bzw. Drucksenkung kommen, wenn nötig mit Vakuumpumpe, damit die Messungen beim eigentlichen Siededruck der Gemische durchgeführt werden können.

[1] Als Sperrflüssigkeit wird n-Pentan / Silikonöl Gemisch verwendet.

Die jeweiligen Konzentrationen bei diesen Versuchen, die in den nächsten Kapiteln vorgestellt werden, sind durch Einwiegen der Komponenten bestimmt worden. In Zukunft soll die Konzentration mit Hilfe eines Refraktometers online gemessen werden, wobei das Messsignal des Refraktometers bei diesen Messungen eine sehr gute Konstanz gezeigt hat. Der Brechungsindex des Gemisches streute um ±0,0001 während einer Messreihe (bei 70,84 % Silikonöl und T_s = 106 °C, siehe Abschnitt 9.2).

8.10 Funktionsnachweis der Versuchsanlage

Für den Funktionsnachweis wurde, wie bereits nach dem Umbau der Normapparatur für die Untersuchungen am Gemisch n-Pentan / n-Hexadekan, n-Pentan verwendet. n-Pentan ist zugleich die leichter siedende Komponente in den zu untersuchenden hochviskosen Gemischen und ermöglicht neben den reinen Untersuchungen zum Wärmeübergang eine Reihe von stoffspezifischen Funktionstests (z. B. der in die Klimazelle integrierten Gaswarnanlage, von Dichtungsmaterialien etc.). Der Wärmeübergang in siedendem n-Pentan wurde an der Universität Paderborn wiederholt untersucht (siehe z. B. /11/, /53/). Diese Daten können als Vergleichsdaten herangezogen werden.

Die Testmessungen mit n-Pentan erfolgten bei vier verschiedenen normierten Drücken, nämlich bei p^* = 0,45, p^* = 0,176, p^* = 0,1 und p^* = 0,035. Bei jedem Druck wurde die Wärmestromdichte von etwa 0,05 kW/m^2 bis etwa 100 kW/m^2 variiert. Um die vorliegenden Messdaten miteinander zu vergleichen, wurde die „VDI-Wärmeatlas-Methode“ /1/ herangezogen. Bild 8.23 zeigt die Messdaten von früheren experimentellen Untersuchungen mit n-Pentan (blaue nach rechts gedrehte Dreiecke (Gorenflo /11/ und grüne Punkte /53/) und anderen Kohlenwasserstoffen. Die blau eingezeichneten Ergebnisse der Validierungsversuche stimmen gut mit anderen experimentellen Ergebnissen und der VDI-Wärmeatlas-Methode überein.

Bild 8.24 zeigt einen direkten Vergleich von experimentellen Daten für n-Pentan in der üblichen doppeltlogarithmischen Darstellung. In dieser Darstellung hat die Oberflächenbeschaffenheit der Versuchsrohre im Bereich des Blasensiedens einen erheblichen Einfluss auf die Kurvenverläufe. Es ist bekannt, dass die mit hoher Rauhigkeit der Oberflächen einen besseren Wärmeübergang liefern als

weniger raue Oberflächen /31/. In Bild 8.24 sind die Ergebnisse für drei verschiedene Versuchsrohre mit unterschiedlichen Oberflächen und unterschiedlichem inneren Aufbau dargestellt. Bei niedrigen Wärmestromdichten entsprechen die Ergebnisse unter Berücksichtigung der verschiedenen Rohroberflächen den Erwartungen. Die Oberfläche des geschmirgelten Versuchrohres wurde mit einem 500 Schmirgelpapier per Hand aufgetragen; da die genaue Rauhigkeit nicht bekannt ist wird sie in Anlehnung an frühere gemessene Werte auf $P_a > 0{,}66$ µm geschätzt.

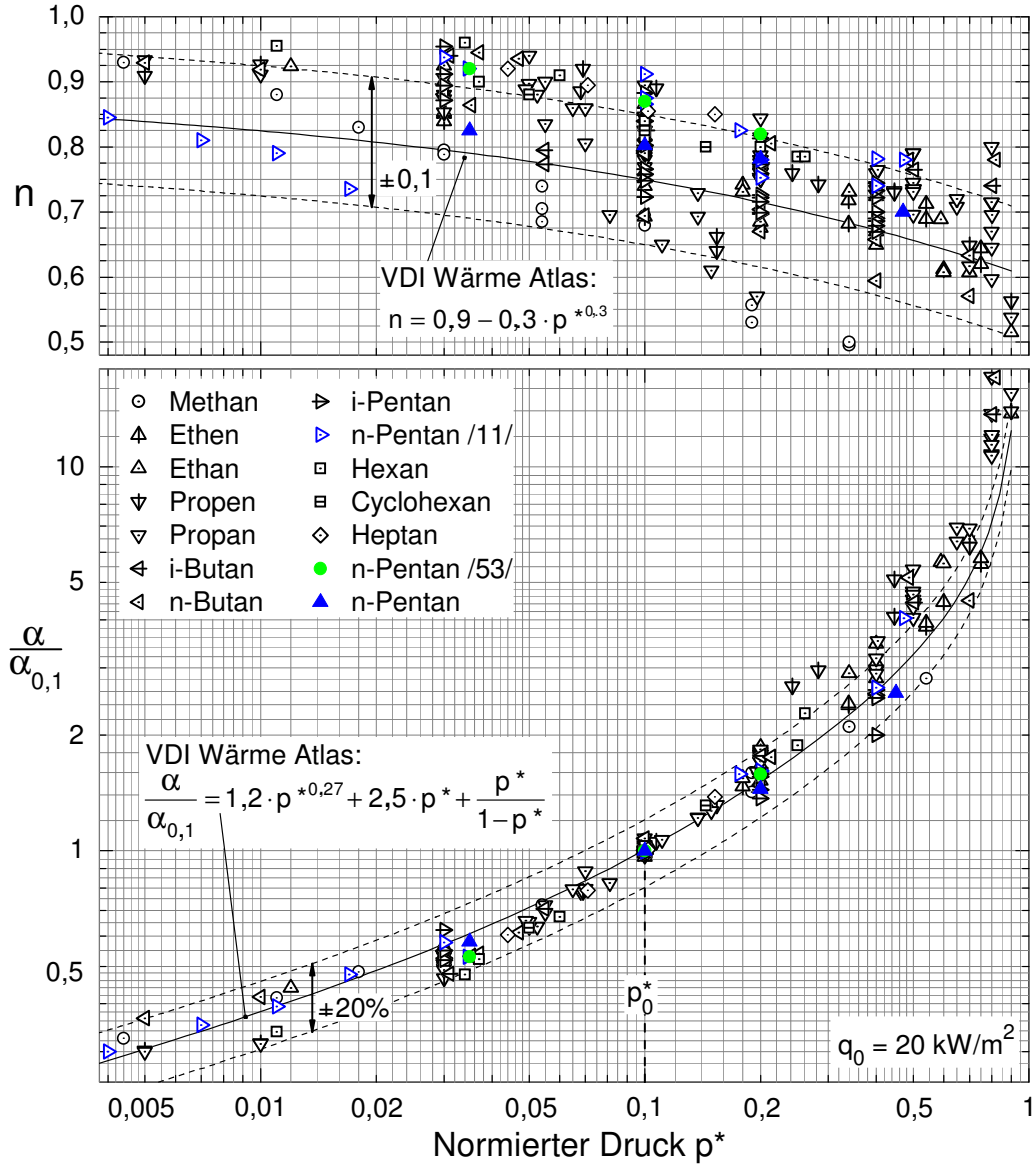


Bild 8.23: Vergleich von experimentellen Daten nach der VDI-Wärmeatlas-Methode /1/.

Dadurch, dass die Wärmeleitfähigkeit der Wärmeleitpaste wesentlich schlechter ist als die von Weichlot, kommt es bei hohen Wärmestromdichten (ab etwa

70 kW/m^2) mit den neuen Versuchsrohren scheinbar zu einem Abknicken der typischen Geraden. Beim Behältersieden hochviskoser Stoffe werden die zu untersuchenden Wärmestromdichten aber deutlich kleiner ausfallen. Die kritischen Wärmestromdichten dieser Gemische müssen noch detailliert untersucht werden; die hier publizierten ersten Ergebnisse für Gemische mit Silikonöl mit einer Viskosität von 100 Pa s ergeben aber außer für sehr geringe Silikonölkonzentrationen kritische Wärmestromdichten von unter 50 kW/m^2.

Beim Strömungssieden hochviskoser Gemische ist eine maximale Wärmestromdichte von 9 kW/m^2 nicht überschritten worden /6/. Unter diesen Bedingungen treten zwischen Siedeflüssigkeit und Rohroberfläche Temperaturdifferenzen auf, die so groß sind, dass die in Bild 8.24 bei großen Wärmestromdichten beobachteten Effekte nebensächlich werden. Vor diesem Hintergrund scheint die Entscheidung, bei der Konstruktion der Versuchsrohre primär auf die Robustheit der Rohre zu achten, richtig gewesen zu sein. Alle gemessenen Daten für das reine n-Pentan (mit der Hochviskosapparatur) finden sich im Anhang A4.

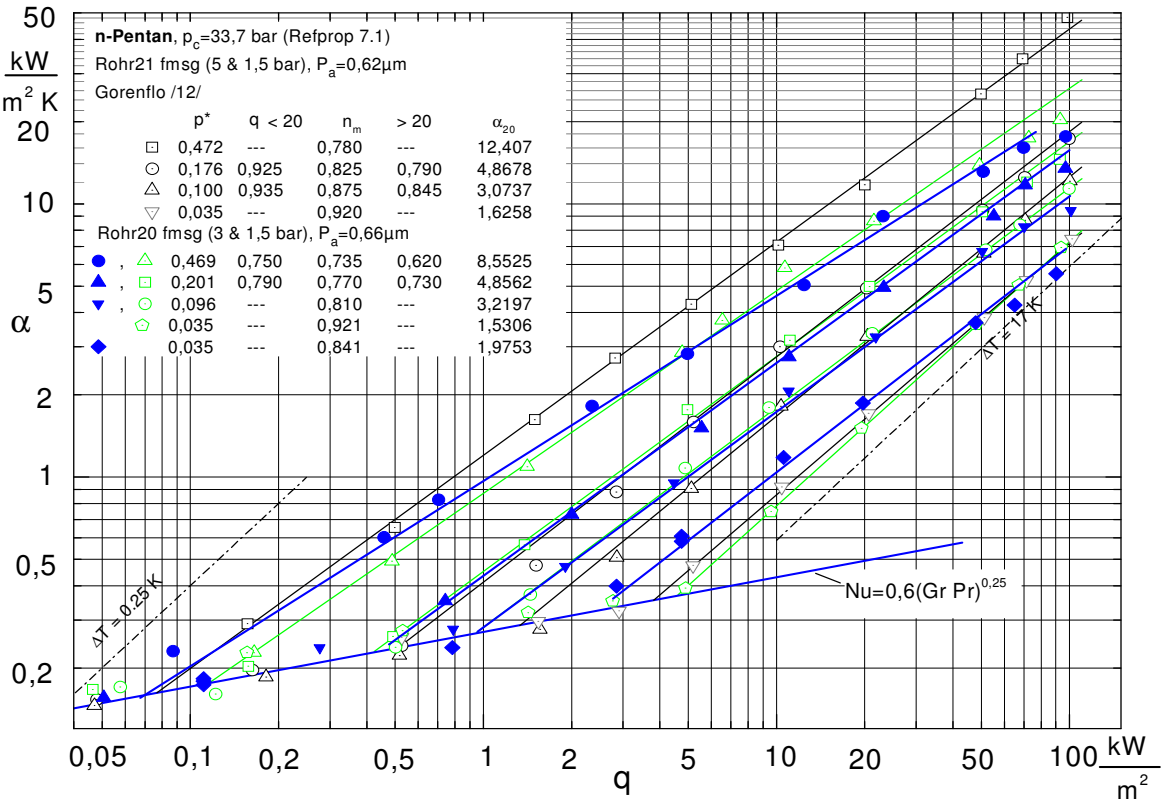


Bild 8.24: Vergleich von experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten von n-Pentan in der üblichen doppeltlogarithmischen Darstellung. Blau dargestellt sind die Ergebnisse der Validierungsmessungen.

9. Experimentelle Ergebnisse für das n-Pentan/Silikonöl-M100k-Gemisch und Einfluss des Silikonöls auf den Wärmeübergang

Nach erfolgreichem Abschluss der Validierungsmessungen wurde als erstes hochviskoses System das Gemisch n-Pentan/Baysilone M100k[1] untersucht /56/. Das Silikonöl Baysilone M100k hat bei Umgebungstemperatur eine Viskosität von etwa 100 Pa s, ist also ein Silikonöl mittlerer Viskosität. Untersucht werden sollen in Zukunft voraussichtlich Öle von 10 bis 1000 Pa s. In dieser Arbeit sind Gemische mit fünf verschiedenen Zusammensetzungen (Massenbrüche[2] $\xi_{\text{n-Pentan}}$ 97,97%, 72,48%; 48,88%; 29,16% und 10,03%) bei Siedetemperaturen von 41°C, 76°C und 106°C und bei Wärmestromdichten von 0,05 kW/m^2 bis 100 kW/m^2 untersucht worden. Mit zunehmendem Silikonölgehalt sank die realisierbare Wärmestromdichte deutlich ab. Bei einem Pentangehalt von 10,3% konnten nur noch Wärmestromdichten bis etwa 15 kW/m^2 eingestellt werden (siehe die folgenden Ausführungen zur kritischen Wärmestromdichte). Im Gegensatz zu dem niedrigviskosen System n-Pentan / n-Hexadekan konnte für alle Gemische ein stabiles Blasensieden eingestellt werden. Die hohe Viskosität des Silikonöls begrenzt die Konvektion offenbar so stark, dass die zugeführte Wärme auch für Systeme mit einem Pentangehalt von nur noch 10,3 % durch Blasenbildung abgeführt werden muss. Es wurde bei konstanten Siedetemperaturen gemessen, weil die kritischen Drücke der Gemische nicht ausreichend genau bekannt sind. Bezogen auf reines n-Pentan entsprechen die gewählten Siedetemperaturen reduzierten Drücken von $p^* = 0{,}035$, 0,10 und 0,20. Die Gasphase in den Blase besteht aus praktisch reinem n-Pentan. Insgesamt wurden bisher etwa 300 Messwerte für hochviskose Gemische aufgenommen. Die Ergebnisse für Gemische mit einem Pentangehalt von 97,97% und 72,48% sind in Bild 9.1 dargestellt.

---

[1] Die Bezeichnung Baysilone M100k entspricht nicht der aktuellen Marktbezeichnung des verwendeten Öls. Unter diesem Namen wurde das Öl aber ursprünglich von Bayer eingeführt und intern wird es nach wie vor so bezeichnet. Aus diesem Grund werden hier nicht die schnell wechselnden und zum Teil nicht eindeutigen Marktbezeichnungen verwendet.

[2] Aufgrund der sehr großen Molmasse der verwendeten Silikonöle würden molare Konzentrationsangaben hier verwirren.

9.1 Übergang vom Behältersieden zum Strömungssieden

In Bild 9.1 sind bei den verschiedenen Siedetemperaturen jeweils Ergebnisse für unterschiedliche Einstellungen der Zirkulationspumpe dargestellt. Bei einem Pentangehalt von 97,97% zeigt sich erst bei einem sehr großen Umlaufmassenstrom (94,66 kg/h) ein deutlicher Anströmungseffekt. Bis zu Massenströmen von 47,33 kg/h ergibt sich keine signifikante Verschiebung der Ergebnisse. Bei einem Pentangehalt von 72,48 % zeigt sich im Bereich des konvektiven Siedens ein deutlicher Anströmungseffekt, der aber für den Bereich des ausgebildeten Blasensiedens (Wärmeströme ab etwa 1 kW/m^2) an Bedeutung verliert.

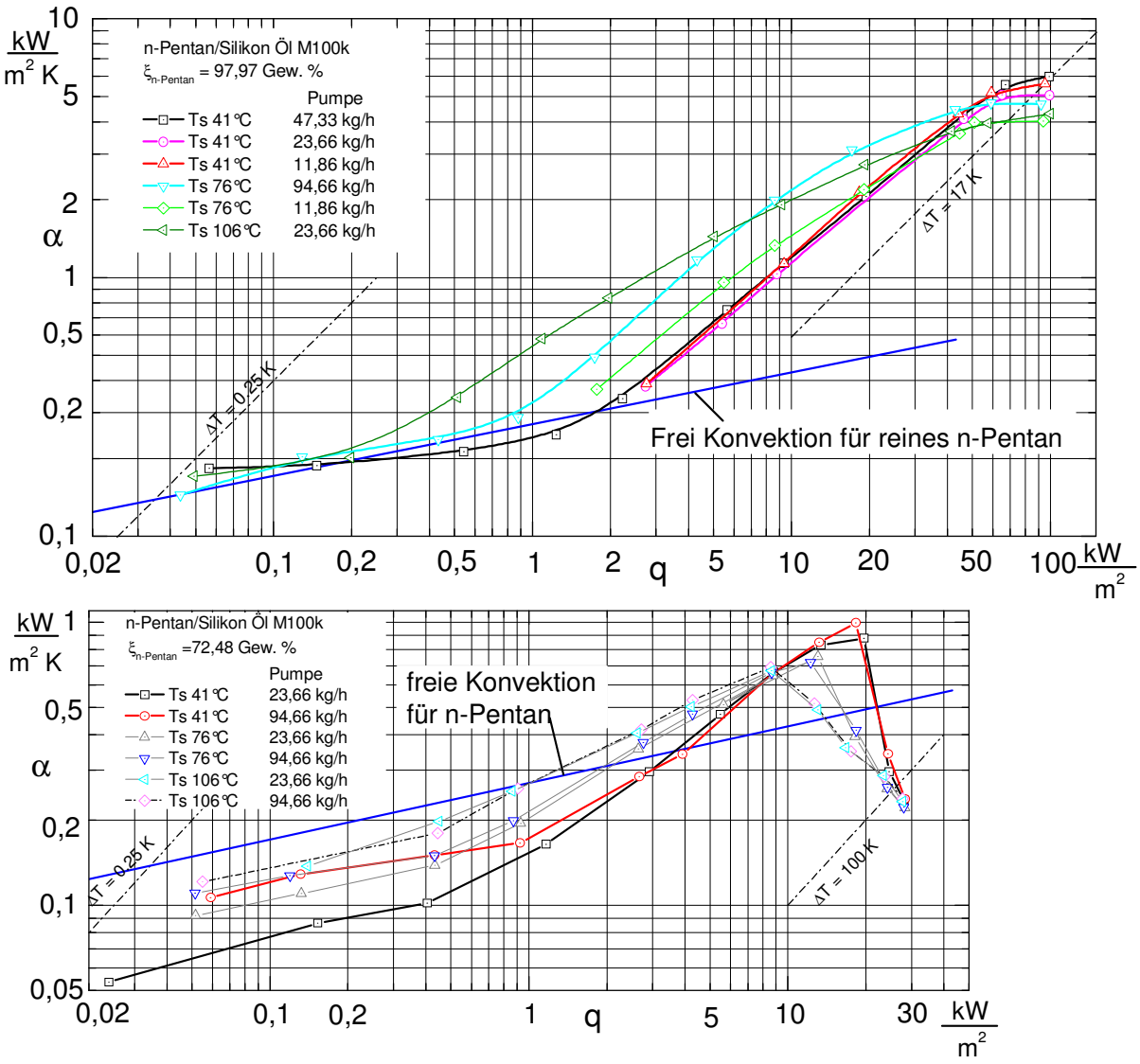


Bild 9.1: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte *q* beim Sieden von n-Pentan/Silikonöl M100k bei Pentangehalten von $\xi_{\text{n-Pentan}}$ = 97,97 % und 72,48 %.

Dabei werden aber auch in diesem Fall große Massenströme untersucht (23,66 kg/h und 94,66 kg/h). Bei höherem Anteil an Silikonöl verstärkt sich der Einfluss der Anströmung im Bereich des konvektiven Siedens. Auf den Bereich des Blasensiedens haben Umwälzmassenströme bis etwa 20 kg/h nach wie vor keinen signifikanten Einfluss.

In Bild 9.2 ist für zwei reduzierte Drücke der zu erwartende Kondensatmassenstrom (praktisch reines n-Pentan) über der Wärmestromdichte aufgetragen. Die Umwälzung von Behälterflüssigkeit dient zur Vorvermischung dieses Kondensats. In den für Anströmungseffekte empfindlichen Bereichen geringer Wärmestromdichte ergeben sich auch sehr geringe Kondensatmassenströme – im Bereich des konvektiven Siedens bei $q \leq \approx 1$ kW/m^2 liegt der Kondensatmassenstrom maximal bei etwa 0,05 kg/h. Für eine ausreichende Rückvermischung derart kleiner Kondensatmassenströme genügen Umwälzmassenströme von unter 1 kg/h. Damit lassen sich für das verwendete Verdampferkonzept sicher Einstellungen realisieren, mit denen auch Gemische mit sehr hoher Viskosität (geringem Pentangehalt) untersucht werden können, ohne die Ergebnisse durch die Umwälzung des Poolinhalts signifikant zu beeinflussen.

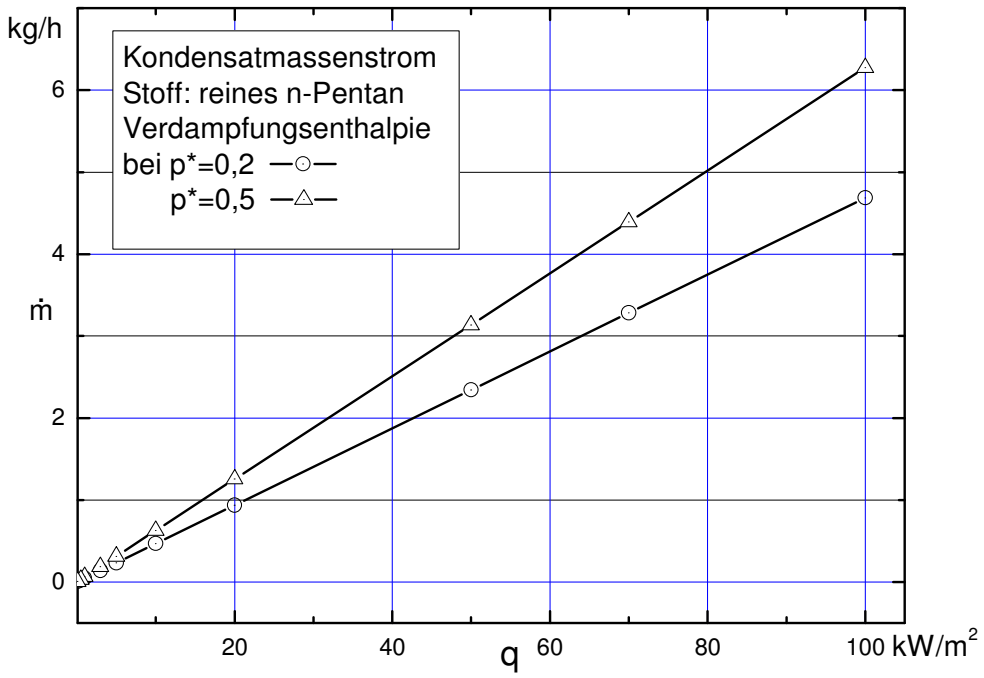


Bild 9.2: Zu erwartender Kondensatmassenstrom, aufgetragen über der Wärmestromdichte.

9.2 Definition einer Referenztemperatur

Für die Messung der Temperaturdifferenz zwischen der Heizfläche und der siedenden Flüssigkeit im Pool wurde befürchtet, dass sich beim Sieden hochviskoser Gemische im Pool große Temperaturgradienten einstellen, welche die Definition einer Referenztemperatur[1] für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten erschweren oder unmöglich machen würden. Tatsächlich wurden in der Schicht unmittelbar um das Versuchsrohr herum sehr große Überhitzungen gemessen. Die Thermoelemente, die in der Flüssigkeit angeordnet sind, befinden sich im Zulauf zum Verdampfer.

Die Oberflächentemperatur des Versuchsrohrs lag zum Teil über 140 K über der eingestellten Siedetemperatur. In hinreichender Entfernung vom Versuchsrohr ergaben die Temperaturmessungen aber überraschend geringe Temperaturgradienten. Bild 9.3 (oben) zeigt bei den zwei gewählten Siedetemperaturen (T_s= 41 °C und 106 °C) an verschiedenen Stellen im Pool gemessene Temperaturen und Sprungantworten auf Variationen der Wärmestromdichte bei einer Konzentration an Silikonöl von 70,84%.

Wie sich gezeigt hat, liegen die gemessenen Temperaturen im Kernbereich des Pools nahe beieinander; die Abweichungen betragen $< \pm 0{,}3$ K. In den Außenbereichen und im Bereich des Zuflusses weichen die gemessenen Temperaturen um bis zu $\pm$ 1 K ab; diese Effekte beeinflussen aber nicht das Siedegleichgewicht im Pool. Auf der Basis dieser Messungen und in Anbetracht der großen Überhitzung der Rohroberfläche wird davon ausgegangen, dass die mittlere Temperatur im Kernbereich des Pools hinreichend genau gleich der Siedetemperatur gesetzt werden kann. Wärmeübergangskoeffizienten beim Behältersieden können damit für hochviskose Gemische analog zu niedrigviskosen Stoffen definiert und angegeben werden.

In Bild 9.3 (unten) ist die Temperatur im Refraktometer nach dem statischen Mischer aufgetragen; zu erkennen ist, dass die Temperatur nach der Vermischung des unterkühlten Kondensats und des verarmten Silikonöls aus dem Pool während der Messreihe um $< \pm$ 0,2 K von der Referenztemperatur abweicht.

---

[1] Bei der Normsiedeanlage und der modifizierten Siedeanlage sind die Thermoelemente ca. 30 mm unterhalb des Versuchrohres angeordnet.

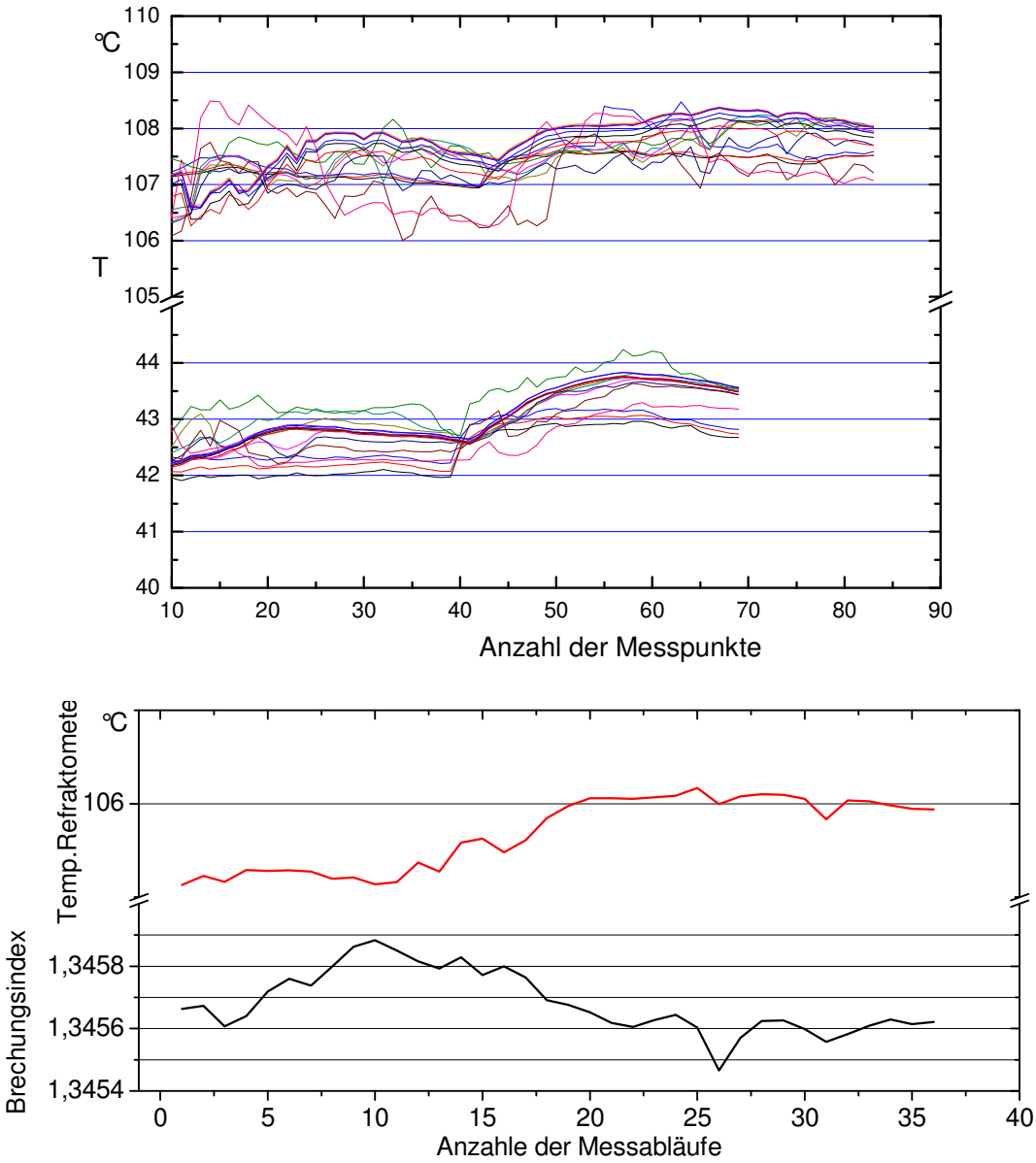


Bild 9.3: Temperaturverteilung im Pool (oben) für zwei Siedetemperaturen ($T_s = 41$ ℃ und $T_s = 106$ ℃) während der Messung für 70,84 % Silikonöl und Temperatur im Refraktometer, das sich direkt stromabwärts des statischen Mischers befindet und Schwankungen des Brechungsindex in der Zuleitung.

Bereits in Kapitel 8 wurde gezeigt, dass der Brechungsindex von der Temperatur abhängig ist. Wenn die Temperaturschwankungen[1] bei der Streuung des Brechungsindex berücksichtigt werden, ergeben sich während der Messung eine Schwankungen von etwa $\triangle n \cong \pm 0{,}0001$ oder umgerechnet in eine Konzentrationsschwankung $\Delta\xi \cong \pm 0{,}16\%$ in der Zuleitung.

[1] Bei steigender Temperatur sinkt der Brechungsindex.

9.3 Messergebnisse für den Wärmeübergangskoeffizienten

Aus Bild 9.1 (unteres Diagramm) wird deutlich, dass die bisher übliche doppeltlogarithmische Auftragung der Messergebnisse, bei welcher der Wärmeübergangskoeffizient in Abhängigkeit der Wärmestromdichte bei verschiedenen Siededrücken dargestellt wird, nicht angewandt werden kann, da der Wärmeübergangskoeffizient wesentlich weniger von der Siedetemperatur abhängt, insbesondere bei höheren Anteilen an Silikonöl. So eine Auftragung würde nur zu Verwirrung führen.

Bild 9.4 und Bild 9.5 zeigen für Wärmestromdichten von 1 kW/m^2 bis 20 kW/m^2 gemessene Werte des Wärmeübergangskoeffizienten, aufgetragen über dem Massenbruch n-Pentan. Offensichtlich ist bei allen Wärmestromdichten der starke Abfall des Wärmeübergangskoeffizienten mit zunehmendem Gehalt an Silikonöl und damit mit zunehmender Viskosität. Bei Wärmestromdichten von 1, 3 und 5 kW/m^2 ergibt sich bei Zugabe einer geringen Menge Silikonöl (ca. 2%, bezogen auf die Masse) zunächst ein Anstieg[1] des Wärmeübergangskoeffizienten. Diese Beobachtung könnte z. B. durch Oberflächeneffekte erklärt werden, kann zum jetzigen Zeitpunkt aber noch nicht als verifiziert gelten – die beobachteten Anstiege liegen im Bereich der Unsicherheit der für n-Pentan bei nicht im Detail spezifizierter Rohroberfläche gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten. Eine ähnliche Verbesserung des Wärmeübergangskoeffizienten wurde bei bestimmten Kältemittel/Öl- Gemischen festgestellt /5/.

Ein Vergleich der Diagramme zeigt aber bei hohen Wärmestromdichten eindeutig eine Umkehrung der Temperatur- bzw. Druckabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten. Bei Wärmestromdichten von bis zu 5 kW/m^2 ergibt sich für alle vermessenen Konzentrationen bei der höchsten Siedetemperatur bzw. dem höchsten reduzierten Druck der größte Wärmeübergangskoeffizient. Das Verhalten entspricht qualitativ dem bei niedrigviskosen engsiedenden Gemischen bekannten Verhalten. Ab einer Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 wird zunächst bei

[1] Bei der Abnahme der Wärmestromdichte sinkt die Anzahl der aktiver Keimstelle, durch die Beimischung von Silikonöl kommt es zur Erhöhung der Oberflächenspannung, was zufolge hat dass die Dampfreste in den Mikro Vertiefungen an der Heizfläche länger eingeschlossen werden als beim reinen Stoffen und die Keimstellen länger aktiv bleiben somit zur Verbesserung des Wärmeübergangs. Die hat insbesondere eine Bedeutung bei dem Übergang von dem Bereich des Blasensiedens zur frei Konvektion ohne Phasenwechsel.

den höchsten Silikonölgehalten eine Umkehrung dieses Verhaltens beobachtet. Bei Wärmestromdichten von 15 und 20 kW/m^2 wird nur noch für den geringsten Silikonölgehalt die bekannte Temperatur- bzw. Druckabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten gefunden.

Beobachtungen des Siedevorgangs legen nahe, dass die Umkehrung der Druckabhängigkeit mit der Größe der gebildeten Blasen korreliert. Bei hohem Druck sind die Blasen kleiner und durchmischen die weit überhitzte, an n-Pentan verarmte Schicht an der Rohroberfläche beim Aufsteigen weniger effektiv. Dadurch wird weniger frisches Gemisch an die Rohroberfläche herantransportiert; die Überhitzung der Rohroberfläche nimmt zu, und der Wärmeübergangskoeffizient verschlechtert sich. Bei großen Wärmestromdichten wirkt sich dieser Effekt stärker aus als die bekannten positiven Effekte eines hohen Siededrucks.

Der gleiche Effekt wurde bereits für weitsiedende niedrigviskose Gemische festgestellt, ist dort aber wesentlich weniger ausgeprägt. Offensichtlich bieten die hier untersuchten weitsiedenden hochviskosen Gemische wie erwartet die Möglichkeit, grundlegende Effekte des Siedens von Gemischen in besonders ausgeprägter Form und unter leicht zu beobachtenden Bedingungen zu untersuchen.

Aus Bild 9.1 (unteres Diagramm), in dem der Wärmeübergangskoeffizient in Abhängigkeit der Wärmestromdichte in doppeltlogarithmischer Darstellung aufgetragen ist, wird deutlich, dass der Wärmeübergangskoeffizient mit steigender Wärmestromdichte abnimmt. Wenn dieser Fall auftritt, bedeutet dies überkritische Sieden. Das wird auch aus Bild 9.4 deutlich, wenn die α-Werte ab einer Konzentration an Silikonöl von 27,52% zwischen verschiedenen Wärmestromdichten verglichen werden. Die kritische Wärmestromdichte wird im nächsten Abschnitt detaillierter behandelt.

In den Bildern 9.4 und 9.5 sind Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich des Blasensiedens aufgetragen. Bild 9.5 (unteres Diagramm) zeigt die Ergebnisse bei einer Wärmestromdichte von 1 kW/m^2 und T_s = 41°C. Bei einer Konzentration des n-Pentans von 100% und 97,97% (gefüllte Symbole) gibt es keine Blasenbildung, und die Wärme wird durch freie Konvektion abgeführt. Durch den Anstieg der Konzentration des Silikonöls wird die Wärmeabfuhr durch Konvektion aufgrund der hohen Viskosität gemindert, und es kommt erneut zu einer Blasenbildung an der Heizfläche.

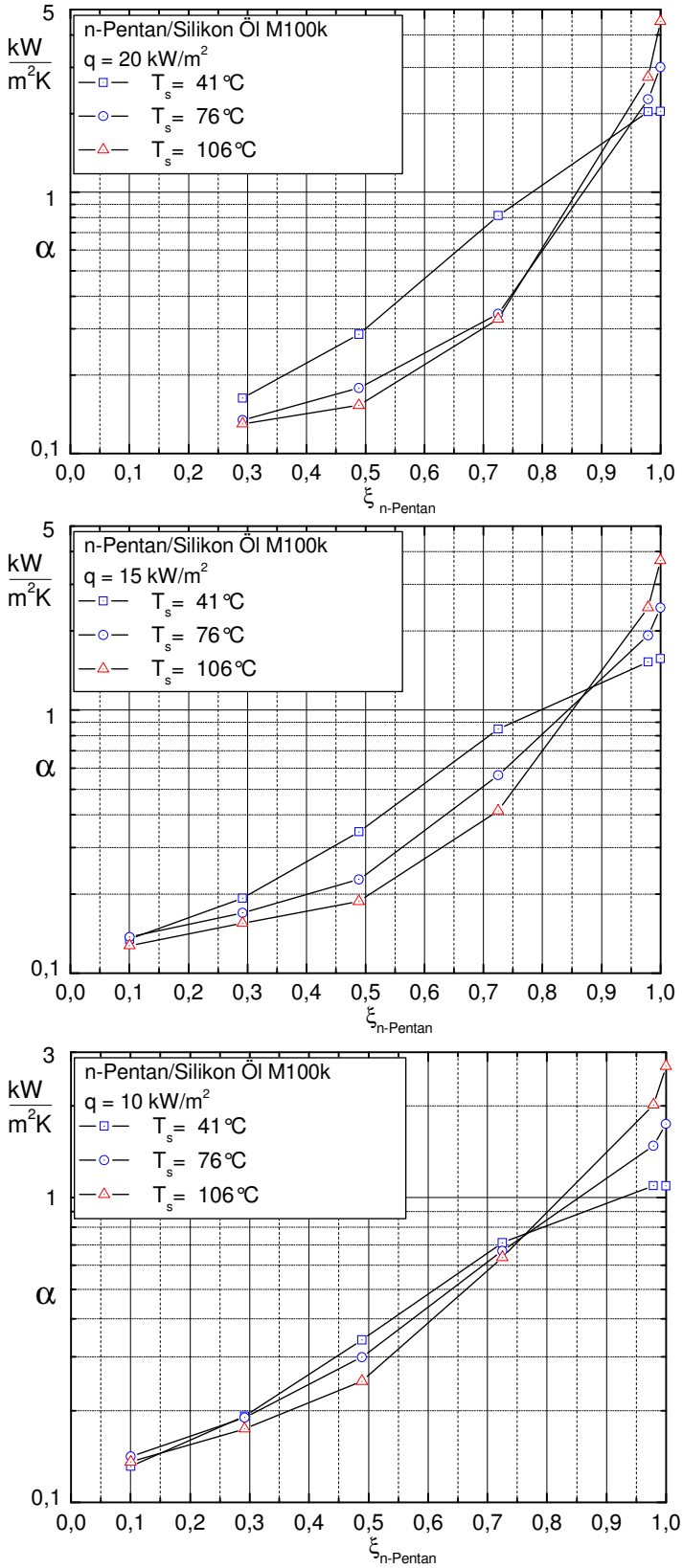


Bild 9.4: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung ξ für das Gemisch n-Pentan/Silikonöl M100k bei q = 10, 15 und 20 kW/m² und bei drei verschiedenen Siedetemperaturen.

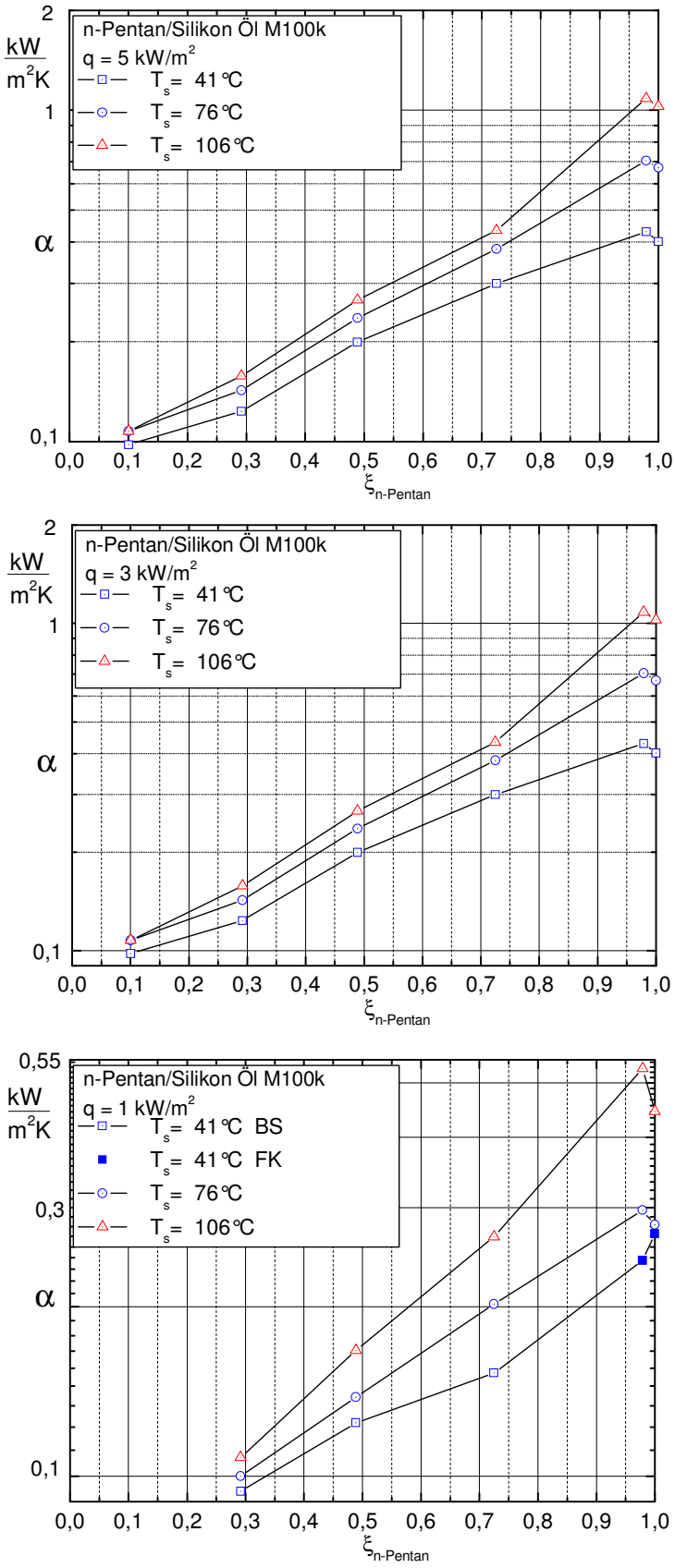


Bild 9.5: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α von der Zusammensetzung ξ für das Gemisch n-Pentan/Silikonöl M100k bei q = 5, 3 und 1 kW/m^2 und bei drei verschiedenen Siedetemperaturen

Die visuelle Beobachtung während der Versuche und eine erste Auswertung der dazugehörigen Hochgeschwindigkeitsvideoaufnahmen zeigen weiterhin folgendes:

- Bei hohen Silikonölkonzentrationen ergibt sich der bereits aus Vorversuchen bekannte Effekt der Blasenbildung außerhalb der überhitzten und an n-Pentan verarmten Grenzschicht um das Versuchsrohr, vermutlich aus Gasresten vorhergehender Blasen (siehe Kapitel 10).
- Bei geringen Silikonölkonzentrationen (2%) zeigt sich eine Bildung von silikonölreichen Tropfen an der Rohroberfläche, die dann nach unten sinken und sich in einiger Entfernung vom Versuchsrohr wieder in der silikonölarmen Phase auflösen (siehe auch /5/).

Außerdem kommt es in bestimmten Parameterbereichen zur Bildung einer schaumartigen Schicht um das Versuchsrohr, deren Einfluss auf Wärme- und Stoffübergang noch nicht näher untersucht werden konnte.

9.4 Kritische Wärmestromdichten

Bei hochviskosen Gemischen verläuft der Abtransport des sich bildenden Dampfes sehr viel langsamer als bei niedrigviskosen Gemischen; dabei kommt es zu einer Anreicherung der schwerer siedenden Komponente (Silikonöl) an der Heizfläche des Versuchsrohres. Diese Anreicherung beeinflusst die Entstehung und das Wachstum von Blasen und behindert die Diffusion der leichter siedenden Komponente (n-Pentan) in die Nähe der Heizfläche, was, wie bereits beschrieben, zu einer starken Erhöhung der Wandtemperatur führt. Aus diesem Grund wird die kritische Wärmestromdichte wesentlich schneller erreicht als bei niedrigviskosen Stoffgemischen.

In Bild 9.6 ist die kritische Wärmestromdichte bei verschiedenen Siedetemperaturen über der n-Pentankonzentration aufgetragen. Die kritische Wärmestromdichte für reines n-Pentan wurde nach dem VDI-Wärmeatlas gerechnet /7/. Die experimentell bestimmten Werte sind noch mit erheblichen Unsicherheiten behaftet – die Maxima des Wärmeübergangskoeffizienten wurden bisher nicht akribisch mit einer sehr engen Staffelung von Wärmestromdichten bestimmt. Trotzdem zeigt Bild 9.6 bereits klare Tendenzen: Die kritische Wärmestromdichte ist für die siedenden hochviskosen Gemische sehr viel geringer als für reines n-Pentan. Bei Silikonölkonzentrationen zwischen 27,5% und 90%

ergeben sich kritische Wärmestromdichten im Bereich von 5 kW/m^2 bis 20 kW/m^2. Videoaufnahmen legen nahe, dass die Abschirmung der Heizfläche nicht durch einen Gasfilm, sondern durch ein an n-Pentan verarmtes Gemisch erfolgt. In bestimmten Parameterbereichen kann aber auch die Bildung schaumartiger Strukturen und damit doch eine Abschirmung durch Gasphase, dominant sein. Bereits für einen Silikonölgehalt von nur 2% reduziert sich die kritische Wärmestromdichte um einen Faktor von 3 bis 10 (bei der höchsten Siedetemperatur am stärksten). Dadurch kehren sich die Verhältnisse bezüglich des Zusammenhangs zwischen Siedetemperatur/Druck und kritischer Wärmestromdichte um: Die größten kritischen Wärmestromdichten ergeben sich bei den untersuchten hochviskosen Gemischen ausnahmslos für die niedrigste Siedetemperatur bzw. den niedrigsten Druck. Bereits zuvor wurde der Aspekt des Zusammenhangs zwischen mittlerer Blasengröße und der Durchmischung der oberflächennahen, an n-Pentan verarmten Grenzschicht angesprochen.

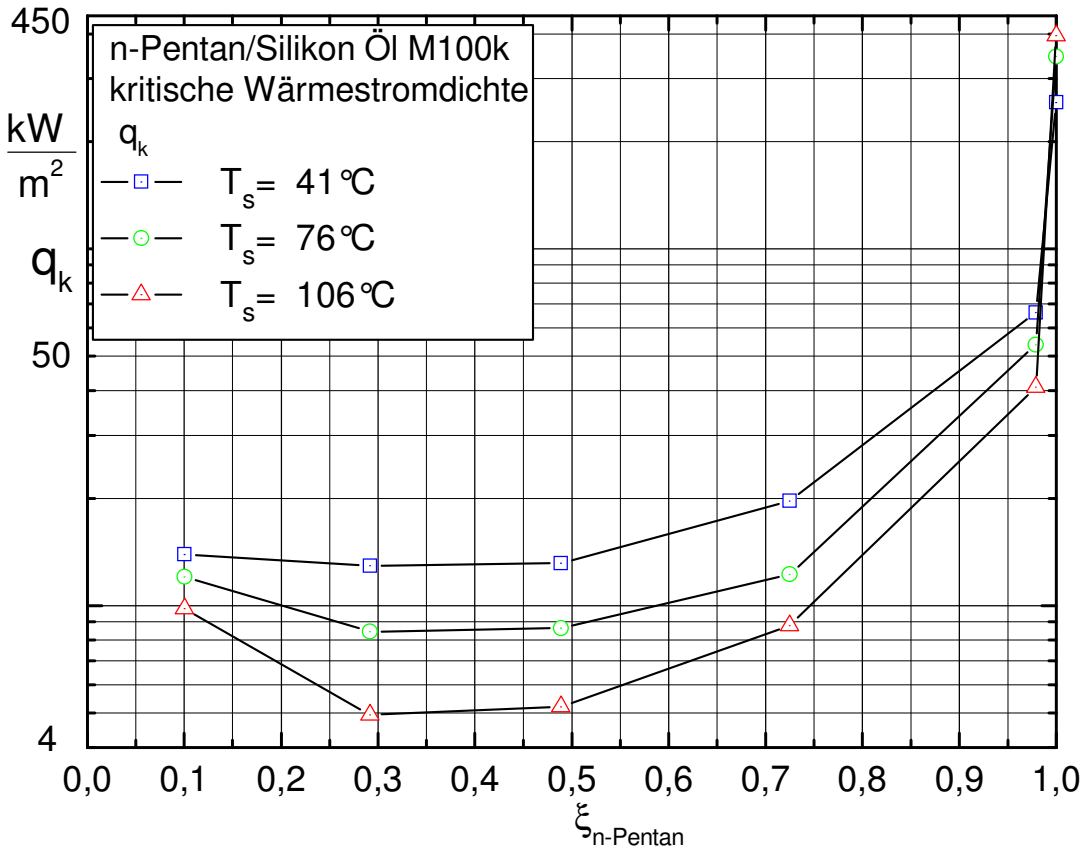


Bild 9.6: Abhängigkeit der kritischen Wärmestromdichte q_k von der Zusammensetzung für das Gemisch n-Pentan/Silikonöl M100k bei drei verschiedenen Siedetemperaturen.

Der Anstieg der kritischen Wärmestromdichte von 70% Silikonöl im Vergleich zu 90 %, insbesondere bei der höchsten Siedetemperatur, wird durch eine Abnahme des Dampfdruckes des Gemisches verursacht, bei der die Blasengröße wieder ansteigt. So wird der Transport der leichter siedenden Komponente an die Heizfläche verbessert und es kommt zur besseren Wärmeabfuhr, die kritische Wärmestromdichte wird höher.

10. Vergleich der Messergebnisse und Videoaufnahmen von niedrigviskosen und hochviskosen Gemischen

In diesem Abschnitt werden die Messergebnisse von n-Pentan / n-Hexadekan und n-Pentan / Silikonöl (M100k) exemplarisch miteinander verglichen. Insbesondere soll der Einfluss der Viskosität (des hochviskosen Silikonöls) auf den Wärmeübergang und die Blasenbildung herausgearbeitet werden. Wie bereits erwähnt, verdampft bei den Siedetemperaturen, mit denen die Experimente durchgeführt worden sind, bei beiden Stoffpaarungen nur n-Pentan, das die leichter siedende Komponente darstellt. Der wesentliche Unterschied zwischen n-Hexadekan und dem Silikonöl M100k, ist die Viskosität, der entsprechende Faktor beträgt bei 20°C etwa 3000.

In Bild 10.1 sind die Messergebnisse des Wärmeübergangskoeffizienten über der Konzentration für die oben genannten Stoffpaarungen aufgetragen. Das obere Diagramm zeigt die α-Werte, die sich bei einer konstanten Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 bei drei verschiedenen Siedetemperaturen ergeben haben.

Für das n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisch (volle Symbole) konnte bei mindestens $\xi_{n\text{-Pentan}} \sim 0{,}72$ und einer Siedetemperatur von 106 °C Blasenbildung beobachtet werden. Bei den anderen Siedetemperaturen ab $\xi_{n\text{-Pentan}} < 0{,}95$ konnte keine Blasenbildung beobachtet werden, und die Wärmeübertragung fand im Bereich der freien Konvektion ohne Phasenwechsel am Heizrohr statt.

Beim n-Pentan / Silikonöl-Gemisch gab es bei einer Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 über den ganzen Konzentrationsbereich eine ausgeprägte Blasenbildung, wobei sich die Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 schon jenseits der kritischen Wärmestromdichte befindet. Die kritische Wärmestromdichte des Gemisches ist für n-Pentan Konzentrationen von 10 bis 50% für die aufgeführten Siedetemperaturen von 106°C und 76°C kleiner als 10 kW/m^2. Für n-Pentan Anteile > 50% und die höheren Siedetemperaturen ist die oben genannte Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 nahe an der kritischen Wärmestromdichte (siehe Bild 9.6). Nur für die Siedetemperatur von 41°C sind die Wärmeübergangskoeffizienten nicht nahe an der kritischen Wärmestromdichte. Aus dem Vergleich der α-Werte für n-Pentan/Silikonöl und n-Pentan/n-Hexadekan wird sichtbar, dass die α-Werte bei einer Siedetemperatur von 41°C deutlich voneinander abweichen (bis $\xi_{n\text{-Pentan}} > 72\%$). Bei den höheren Siedetemperaturen (106°C und 76°C) ist der

Verlauf quantitativ ähnlich.

Im unteren Diagramm (Bild 10.1) sind die α-Werte bei einer konstanten Wärmstromdichte von 20 kW/m^2 dargestellt, wobei die Wärmestromdichte ($\xi_{n\text{-Pentan}}$ < 72%) weit überkritisch ist und nur bei der Siedetemperatur von 41 °C der kritischen Wärmestromdichte entspricht.

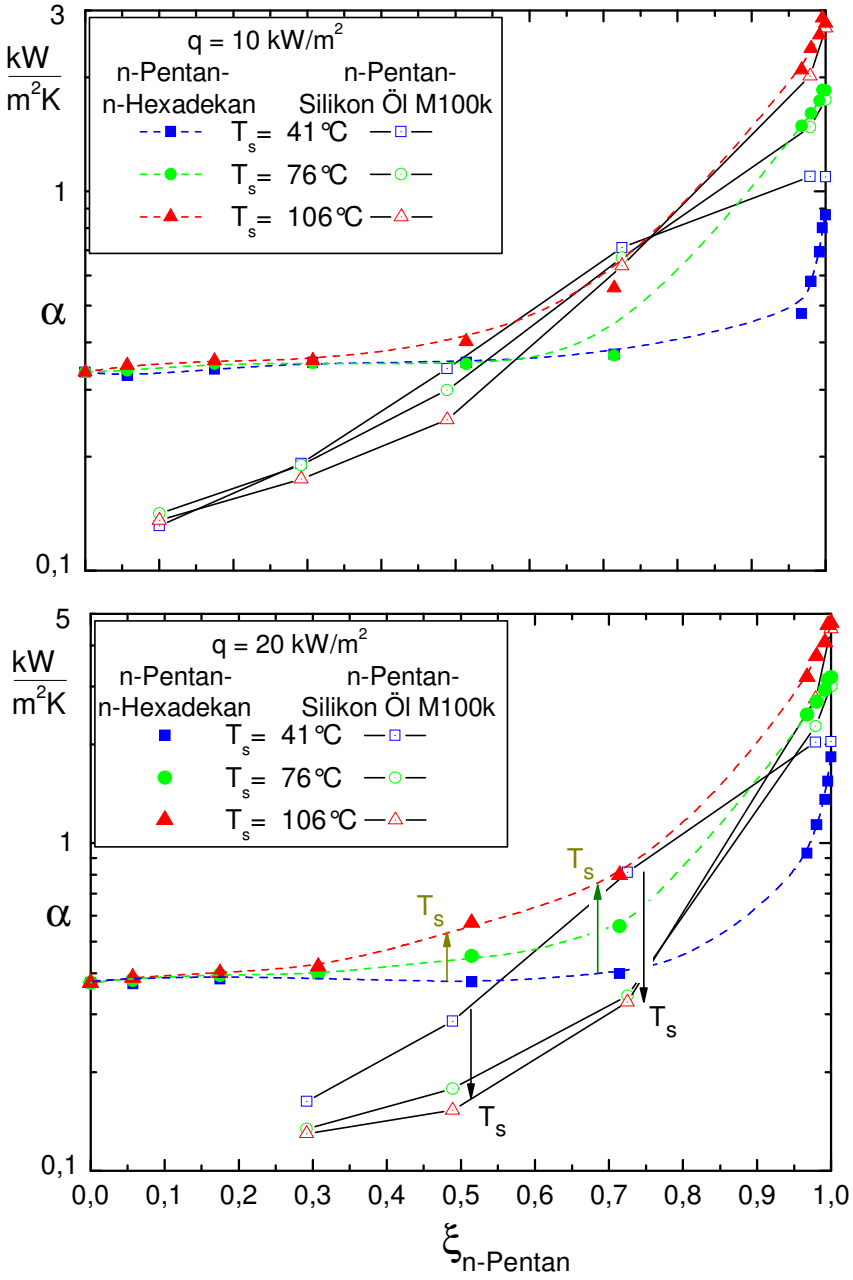


Bild 10.1: Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten von der Zusammensetzung des hochviskosen n-Pentan / Silikonöl-M100k- (leere Symbole) und des niedrigviskosen n-Pentan / n-Hexadekan-Gemisches (volle Symbole) bei drei verschiedenen Siedetemperaturen.

Aus den in den Diagrammen dargestellten Daten (Bild 10.1) wird deutlich, dass die Viskosität einen starken Einfluss auf den Wärmeübergang hat. Beim niedrigviskosen Gemisch konnte für die Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 für Konzentration $\xi_{n\text{-Pentan}} < 72\%$ keine stabile Blasenbildung beobachtet werden (außer für die Siedetemperatur 106°C), während bei der gleichen Wärmestromdichte beim hochviskosen Gemisch eine stabile Blasenbildung zu beobachten war. Bei der Wärmestromdichte von 20 kW/m^2 war das Gleiche zu beobachten wie bei 10 kW/m^2. Für das hochviskose Gemisch erfolgte über den gesamten Zusammensetzungsbereich der Blasenbildung bis zu einer Wärmestromdichte von 3 kW/m^2, wobei Blasenbildung für das niedrigviskose Gemisch nur bis zu $\xi_{n\text{-Pentan}} \sim 50\%$ bei einer Siedetemperatur von 106°C zu beobachten war.

Als Fazit des Vergleiches der Messdaten der beiden Gemische lässt sich zusammenfasssend sagen: Obwohl bei beiden Stoffpaarungen n-Pentan die leichtsiedende Komponente ist und sich bei der Verdampfung zu 100% in der Gasphase befindet, treten völlig unterschiedliche Wärmeübertragungs-mechanismen und -bereiche bei der Verdampfung auf. Im Bereich der Blasenbildung der beiden Stoffpaarungen konnte eine Überschneidung bei einer Wärmestromdichte von 10 kW/m^2 und 20 kW/m^2 festgestellt werden. Bei diesen Wärmestromdichten erfolgt die Wärmeübertragung beim niedrigviskosen Gemisch beim Übergang vom Blasensieden zur freien Konvektion und beim hochviskosen Gemisch beim Übergang von Blasensieden zum Filmsieden. Dieser Unterschied resultiert primär aus der höheren Viskosität des Silikonöls.

Zur Verdeutlichung der Einfluss des Silikonöls sind die beiden Gemisch (n-Pentan/n-Hexadekan und n-Pentan/Silikonöl) bei einer Konzentration von ca. 50% in der doppeltlogarithmischen Auftragung im Bild 10.2 eingetragen. Es wird deutlich dass der Wärmetransport bei niedrigviskosem Gemisch bis eine Wärmestromdichte von 20 kW/m^2 über freie Konvektion (ohne Blasenbildung) stattfindet. Bei dem hochviskosen Gemisch findet der Wärmetransport hauptsächlich durch Verdampfung des n-Pentans an der Heizfläche statt.

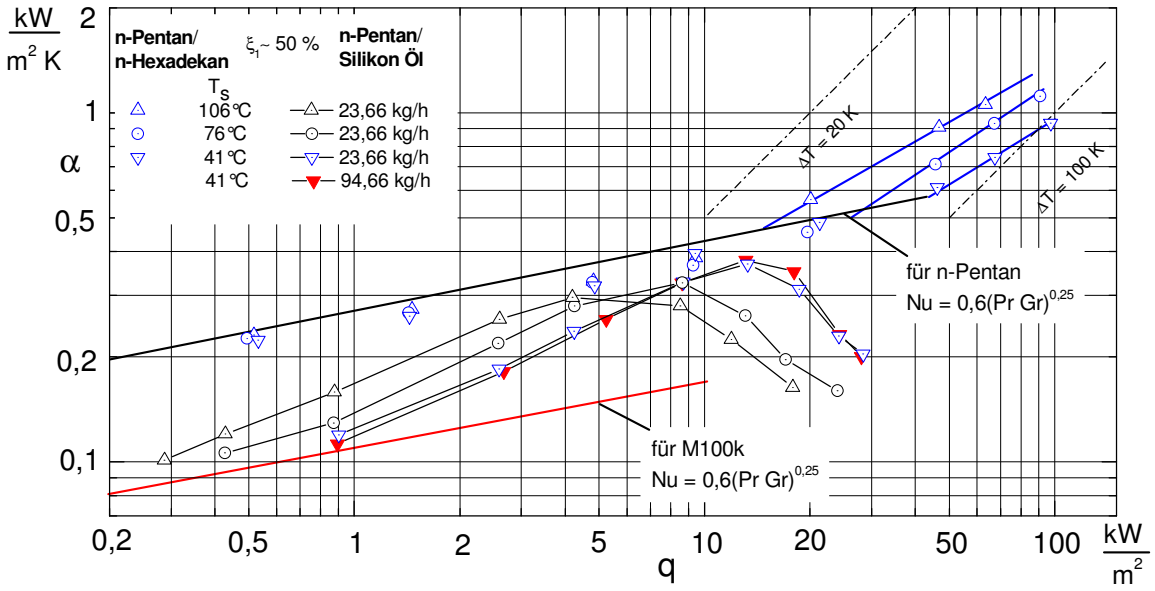


Bild 10.2: Wärmeübergangskoeffizient α in Abhängigkeit von der Wärmestromdichte q beim Sieden von n-Pentan/n-Hexadekan und n-Pentan/Silikonöl M100k bei Pentangehalten von $\xi_{\text{n-Pentan}}$ ~50%.

Bild 10.3 zeigt Sequenzen, die bei der Verdampfung von hochviskosem n-Pentan / Silikonöl M100k ($\xi_{\text{n-Pentan}}$ ~ 48,88%) bei verschiedenen Wärmestromdichten (oben 10 kW/m^2, unten 20 kW/m^2) und Siedetemperaturen (links 41 °C, rechts 106 °C) entstanden. Es wird deutlich, dass der mittlere Blasendurchmesser bei den niedrigeren Siedetemperaturen/-drücken im Mittel um den Faktor 3 größer ist als bei der höheren Siedetemperatur. Auch von reinen Stoffen ist bekannt, dass die Blasengröße vom Siededruck abhängt, aber zunächst keinen unmittelbaren Einfluss auf den Wärmeübergang hat. Bei den hochviskosen Gemischen und bei niedrigeren Drücken bewirkt die Blasengröße das Nachströmen von leichter siedender Komponente an die Heizfläche, was zu einer Verbesserung des Wärmeübergangs führt. Aus diesem Grund (s. auch Kapitel 9.4) tritt die kritische Wärmestromdichte bei höheren Siedetemperaturen/-drücken früher auf als niedrigeren Siedetemperaturen. Bei einem Vergleich der Fotos wird deutlich, dass die Blasen bei der niedrigeren Temperatur (links) wesentlich größer sind und eine bessere Diffusion der leichter siedenden Komponente an die Heizfläche ermöglichen. Bei den Fotos (Bild 10.3, unten), die bei einer Wärmestromdichte von 20 kW/m^2 aufgenommen worden sind, wird deutlich, dass es sich um nicht überkritisches Sieden handelt, sondern kommt es teilweise zum

Austrocknung der Heizfläch. Die Heizfläche ist mit Blasen komplett bedeckt die durch die hohe Viskosität eine niedrige Hochströmungsgeschwindigkeit haben. Es bildet sich ein Blasenteppich aus, der sich wie ein Dampffilm verhält und schlagartig die ΔT zwischen der Heizfläche und der siedenden Flüssigkeit in die Höhe treibt.

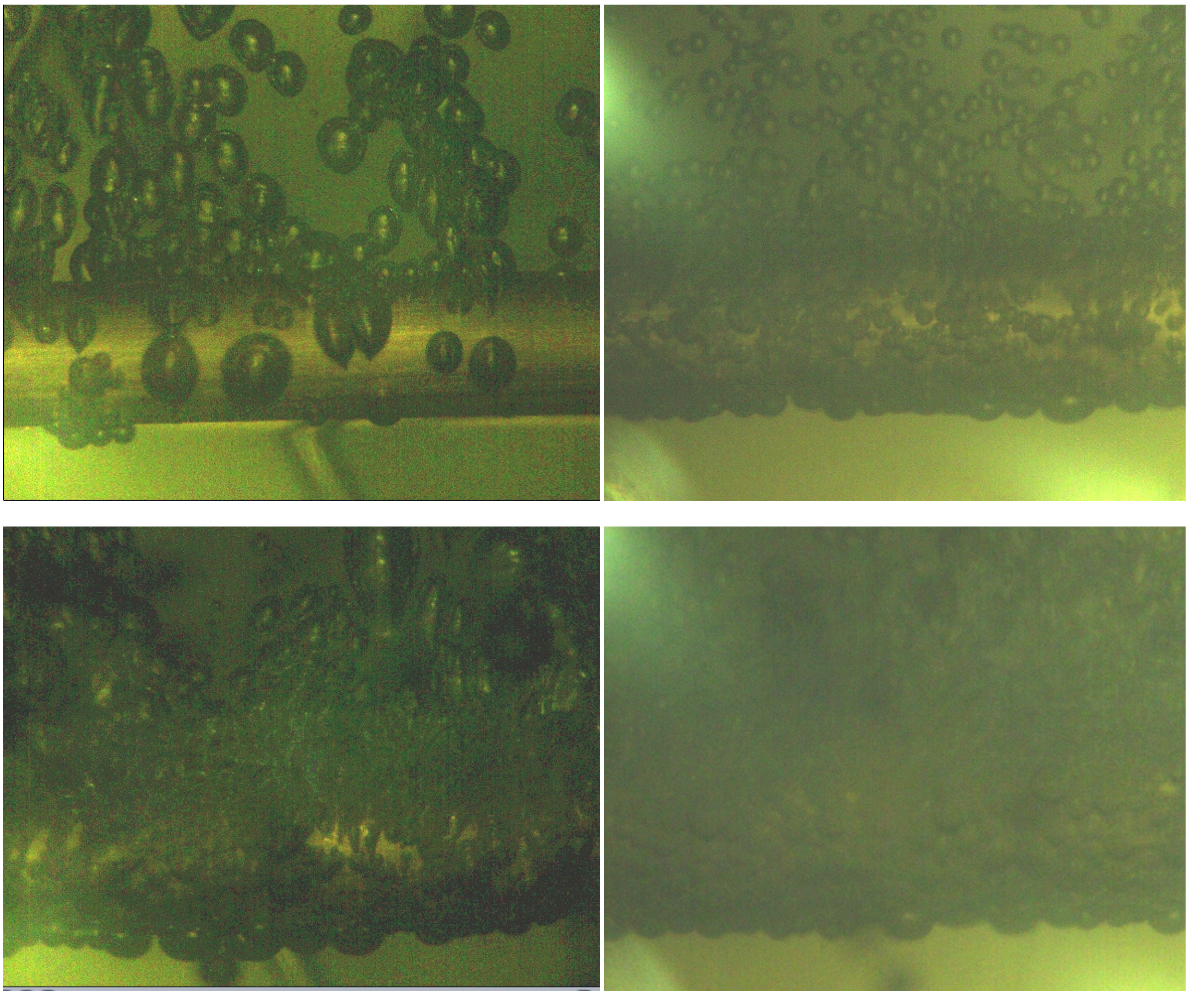


Bild 10.3: Fotos vom Sieden von n-Pentan/Silikonöl M100k mit 48,88% n-Pentan bei verschiedenen Wärmestromdichten (oben 10 kW/m^2, unten 20 kW/m^2) und Siedetemperaturen (links T_s = 41 °C und rechts T_s = 106 °C).

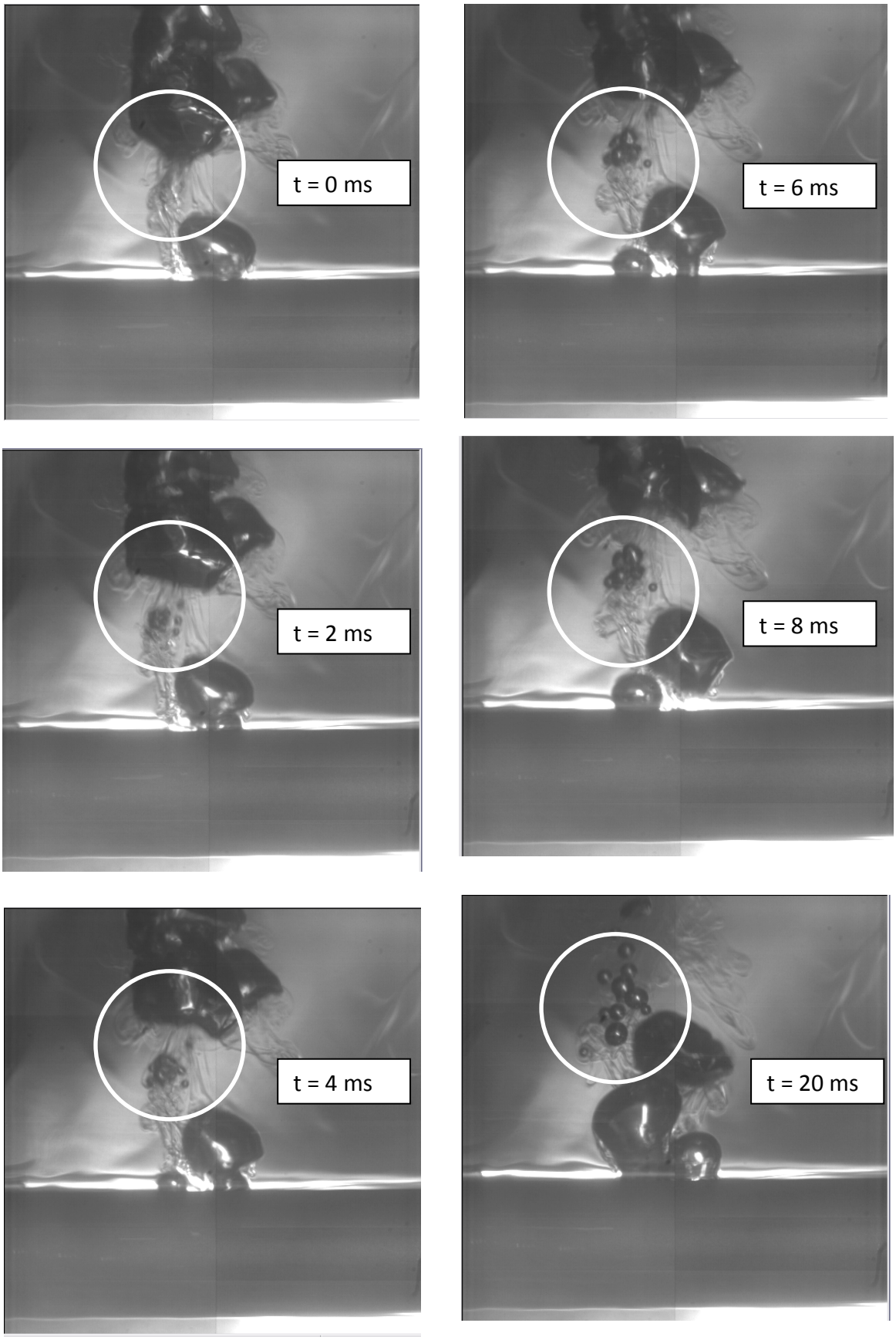


Bild 10.4: Fotos vom Sieden (T_s = 41 °C) von n-Pentan/n-Hexadekan mit 51,5% n-Pentan und bei einer Wärmestromdichte von 70 kW/m^2.

Bei weiterer Analyse der Hochgeschwindigkeitsaufnahmen von niedrigviskosen und hochviskosen Gemischen konnten Blasenbildungen außerhalb der Heizfläche in der überhitzten Flüssigkeitsschicht beobachtet werden. Die übliche Keimstelle an der Heizfläche, wo die Blasen entstehen, und die Entstehung von Keimstellen in der überhitzten Grenzschicht können nicht gleichgestellt werden. Die Keimstelle für die Entstehung der Blasen in der überhitzten siedenden Flüssigkeit resultiert aus Dampfresten einer hochströmenden Blase. Bild 10.4 zeigt eine Sequenz von 20 ms Gesamtdauer von siedendem n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische bei $x_1 = 0{,}769$ ($\xi_1 = 0{,}515$) und einer Wärmestromdichte von 70 kW/m^2.

11. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden experimentelle Untersuchungen der Wärmeübertragung beim Sieden von weitsiedenden niedrigviskosen und hochviskosen Stoffgemischen durchgeführt und beschrieben. Um dies zu ermöglichen, wurde für die niedrigviskosen Stoffgemische eine Normsiedeanlage modifiziert und für die hochviskosen eine neuartige Versuchsanlage entwickelt. Die Validierung der beiden Anlagen wurde anhand von Messungen für n-Pentan erfolgreich durchgeführt. An der Anlage für niedrigviskose Stoffgemische wurde der Wärmeübergang von n-Pentan / n-Hexadekan systematisch untersucht und die Messergebnisse mit Korrelationen aus der Literatur verglichen. An der Hochviskosapparatur wurde n-Pentan/Silikonöl (M100k) vermessen. Des Weiteren wurden die experimentellen Messergebnisse der beiden Gemische verglichen, wobei der Viskositätseinfluss auf den Wärmeübergangs bereits deutlich sichtbar geworden ist.

In Bezug auf die Normsiedeapparatur wurde die Niedrigviskosapparatur mit Umwälzkomponenten erweitert, die es ermöglichen auch für weitsiedende Stoffgemische ein homogenes Gemisch im Verdampfer zu gewährleisten. Bei Auslegung und Konstruktion wurde darauf geachtet, dass die Umwälzkomponenten abgetrennt wurden und die Apparatur die ursprüngliche Konstruktion der Normsiedeapparatur erhielt.

Mit der Niedrigviskosapparatur wurden zuerst reines n-Pentan untersucht. Die Messergebnisse wurden mit existierenden experimentellen Daten aus der Literatur verglichen, wobei sehr gute Übereinstimmungen erzielt worden sind und der Funktionsnachweis für die Anlage geführt wurde. Anschließend wurde das Gemisch n-Pentan / n-Hexadekan mit der modifizierten Apparatur vermessen. Mit den jetzt vorliegenden Ergebnissen für das System n-Pentan / n-Hexadekan wurde erstmals ein binäres Gemisch mit einer Differenz der Normalsiedetemperaturen von etwa $\triangle T_{SN} \cong 250$ K systematisch experimentell untersucht. Bis dato existierten experimentelle Daten nur für Gemische mit Normalsiedetemperaturdifferenzen von maximal $\triangle T_{SN} \cong 132$ K.

Insgesamt wurden etwa 350 Daten für 11 n-Pentan / n-Hexadekan-Gemische bei jeweils drei Siedetemperaturen (41°C / 76°C / 106°C) und bei Wärmestromdichten

von 0,05 kW/m^2 bis etwa 100 kW/m^2 gemessen. Bis zu einer molaren n-Hexadekan-Konzentration von 23,10 % konnte Blasensieden beobachtet werden. Bei höheren Konzentrationen (ab 41,80 %) konnte auch bei der höchsten Siedetemperatur und unter Einsatz einer Vakuumpumpe kein Blasensieden mehr eingestellt werden. Der Wärmeübergang erfolgte in diesen Fällen durch rein konvektives stilles Sieden. Höhere Siedetemperaturen wurden nicht untersucht, um bei den zum Teil erheblichen Überhitzungen der Rohroberfläche das Versuchsrohr nicht zu gefährden.

Mit den Messergebnissen für n-Pentan / n-Hexadekan wird belegt, dass bereits relativ kleine Konzentrationen (ca. 1,1 mol-%) einer sehr schwer siedenden Komponente zu einer massiven Verschlechterung des Wärmeübergangs führen. Für das Gemisch mit einem n-Hexadekan-Anteil von 23,1% werden Überhitzungen der Heizfläche von bis zu 100 K beobachtet. Der Wärmeübergangskoeffizienten überschreitet trotz ausgeprägten Blasensiedens kaum 1 kW/(m^2 K). Der Unterschied zwischen den Wärmeübergangskoeffizienten beim konvektiven Sieden und denen beim Blasensieden sinkt selbst bei Wärmestromdichten von über 50 kW/m^2 auf einen Wert kleiner zwei.

Ein Vergleich der Messergebnisse mit existierenden Korrelationen für weitsiedende Gemische führte erwartungsgemäß nicht zu befriedigenden Ergebnissen. Einzig das Modell von Schlünder gibt die Verläufe über weite Bereiche qualitativ und in einem bestimmten Druckbereich auch quantitativ richtig wieder.

In dem zweiten Teil der vorliegenden Arbeit wurde eine neuartige Hochviskosapparatur vorgestellt, die auf einem ähnlichen Prinzip wie die modifizierte Normsiedeapparatur beruht. Aufgrund der hohen Viskosität der zu untersuchenden Stoffe von bis zu 1000 (Pa s), ist die Konstruktion der Anlage und der Umwälzkomponenten deutlich anders als bei der Nierdrigviskosanlage. Als Funktionsnachweis der Hochviskosapparatur wurde wiederum n-Pentan benutzt. Die erzielten Ergebnisse lieferten eine gute Übereinstimmung mit anderen Daten aus der Literatur und den Messdaten, die im ersten Teil der Arbeit vorgestellt worden sind. Allerdings wurde, wie bereits erwähnt, aufgrund sehr hoher Temperaturen der Heizfläche ein neues Versuchsrohr aufgebaut, das bei Wärmestromdichten ab 50 kW/m^2 deutlich höhere Unsicherheiten aufweist, dafür aber Messungen bei

sehr hohem Temperaturen zulässt. Systematische Abweichungen bei $q > 50\ kW/m^2$ haben keine Relevanz für hochviskose Gemische, da dort die höchsten Wärmestromdichten 50 kW/m^2 nicht überschreiten.

Als erstes Gemisch wurde das System n-Pentan / Baysilone M100k mit der Hochviskosapparatur systematisch untersucht, mit fünf verschiedenen Konzentrationen und jeweils drei Siedetemperaturen (41°C / 76°C / 106°C).

Anhand der vorliegenden ersten Ergebnisse für die Wärmeübertragung in weitsiedenden hochviskosen Gemischen wird der Viskositätseinfluss qualitativ bereits deutlich. Während in niedrigviskosen weitsiedenden Gemischen das konvektive Sieden in weiten Parameterbereichen das Blasensieden verdrängt, herrscht dieses bei hochviskosen Gemischen vor. Die hohe Viskosität behindert den konvektiven Austausch; Bildung und Abströmung der Blasen werden offenbar zum entscheidenden Transportmechanismus. Die Anreicherung der schwerer siedenden Komponente in der Umgebung des Versuchsrohrs führt zu sehr großen Überhitzungen der Rohroberfläche, entsprechend geringen Wärmeübergangskoeffizienten und niedrigen kritischen Wärmestromdichten. Die Druckabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten kehrt sich bei hohen Wärmestromdichten im Vergleich zu niedrigviskosen Gemischen und reinen Stoffen um. Gleiches gilt für die kritischen Wärmestromdichten. Weniger ausgeprägt wurde dieser Effekt bereits für niedrigviskose weitsiedende Gemische beobachtet. Die im Pool beobachteten Temperaturgradienten bleiben für hochviskose Gemische kleiner als ursprünglich befürchtet. Damit kann für die Beurteilung des Wärmeübergangs nach wie vor der mit der der Siedetemperatur entsprechenden mittleren Pooltemperatur gebildete Wärmeübergangskoeffizient herangezogen werden. Ein Einfluss der bei extrem weit siedenden Gemischen zur Rückvermischung des Kondensats notwendigen Zwangsumwälzung auf die gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten konnte bei großen Umwälzmassenströmen nachgewiesen werden. In allen Fällen können aber kleinere Umwälzmassenströme eingestellt werden, die bereits eine ausreichende Rückvermischung gewährleisten, ohne die Wärmeübertragung signifikant zu beeinflussen.

In Zukunft wird die systematische Vermessung von siedenden hochviskosen Gemischen im Vordergrund stehen. Der Einfluss unterschiedlicher Oberflächen-

strukturen und -materialien muss untersucht werden, und schließlich müssen Silikonöle mit anderen Viskositäten (vorgesehen sind neben dem bisher verwendeten Öl mit einer nominellen Viskosität von 100 Pa s Öle mit Viskositäten von 10 und 1000 Pa s) als Mischungspartner untersucht werden, um die qualitativ zum Teil schon beschriebenen Viskositätseinflüsse besser quantifizieren zu können.

Für die theoretische Interpretation der Ergebnisse wären Informationen über Konzentrationsgradienten im Pool und insbesondere in der unmittelbaren Umgebung des Versuchsrohrs sehr hilfreich – viele der in dieser Arbeit qualitativ beschriebenen Effekte ließen sich damit quantifizieren. Am Lehrstuhl für Technische Thermodynamik der Universität Erlangen wurde unlängst nachgewiesen, dass sich für siedende niedrigviskose Gemische Konzentrationsgradienten im Pool und für Einzelblasen bis hin zur Blasenoberfläche mit Hilfe der Raman-Spektroskopie nachweisen lassen. In Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Laseranwendungstechnik der Ruhr-Universität Bochum wird derzeit geprüft, ob sich dieser Ansatz auf siedende hochviskose Gemische übertragen lässt.

12. Literaturverzeichnis

/1/ Gorenflo, D.: Behältersieden, Abschn. Hab. VDI-Wärmeatlas, 9. Aufl., Springer-Verlag, Berlin, 2002.

/2/ Luke, A.: Thermo- und Fluiddynamik beim Sieden – Zusammenhänge zwischen Heizflächenstruktur, Verdampfung und Wärmeübergang. Habilitationsschrift, Universität Paderborn, 2002.

/3/ Köster, R.: Phasengleichgewicht und Wärmeübergang beim Sieden von Gemischkältemitteln. Diss., Universität Paderborn, 2001.

/4/ Stier, K.-H.: Beitrag zur Druckabhängigkeit des Wärmeübergangs beim Blasensieden von binären Gemischen. Diss., Universität Karlsruhe (TH), 2003.

/5/ Mohrlok, K.; Spindler, K.; Hahne, E.: Stand des Wissens zum Wärmeübergang beim Behältersieden von Kältemittel/Öl-Gemischen. DKV-Tagungsbericht, Würzburg, Band II.1, 25. Jg. (1998), S. 171-192.

/6/ Wienecke, M.: Aufbau und Betrieb einer Versuchsanlage zur Untersuchung des Strömungssiedens hochviskoser Gemische. Diss., Universität Paderborn, 2005.

/7/ Wienecke, M.; Gorenflo, D.; Luke, A.; Span, R.: Untersuchungen zum Sieden hochviskoser Gemische – Abschlußbericht zu Phase I. Forschungsbericht für die Bayer AG, Universität Paderborn, 2003.

/8/ Wienecke, M.; Span, R.: Untersuchungen zum Sieden hochviskoser Gemische – Abschlussbericht zu Phase II. Forschungsbericht für die Bayer Technology Services GmbH, Universität Paderborn, 2005.

/9/ Wienecke, M.; Luke, A.; Gorenflo, D.; Span, R.: Flow boiling of highly viscous fluids in a vertical annular tube. Journal of Chemical Engineering Research and Design, (2005).

/10/ Goetz, J.: Entwicklung und Erprobung einer Normapparatur zur Messung des Wärmeübergangs beim Blasensieden. Diss., Universität Karlsruhe (TH), 1980.

/11/ Kotthoff, S.; Gorenflo. D.: Pool boiling heat transfer to hydrocarbons and ammonia: A state-of-the-art review. International Journal of Refrigeration 31 (2008), S. 573-602.

/12/ Kotthoff, S.; Gorenflo. D.: Influence of the fluid on pool boiling heat transfer of refrigerants and other organic substances. Proceedings of the 2nd IIR Conference on Thermophysical Properties and Transfer Processes of Refrigerants, TP098, Vicenza, 2005.

/13/ Bednar, W.: Wärmeübergang beim Blasensieden von binären Kohlenwasserstoffgemischen. Diss., Universitt Karlsruhe (TH), 1993.

/14/ Schmadl, J.: Wärmeübergang beim Blasensieden binärer Stoffgemische unter hohem Druck. Diss., Universität Karlsruhe (TH), 1982.

/15/ Wassilew, P.: Beitrag zum Wärmeübergang bei Blasenverdampfung binärer Kältemittelgemische. Diss., Universität Dresden (TU), 1978.

/16/ Bayer, A.: Untersuchungen zum Blasensieden von binären Stoffgemischen in einem großen Druckbereich. Diss., Universität Karlsruhe (TH), 1988.

/17/ Gremer, F.: Phasengleichgewicht und Wärmeübergang beim Sieden von Mehrstoffsystemen aus Wasser und Alkoholen. Diss, Universität-GH Paderborn, 2001.

/18/ Kretzschmar, B.: Wärmeübergang in siedende Stickstoff-Methan-Gemische unter Druck. Diplomarbeit, Universität Dresden (TU), 1974.

/19/ Span, R.; Buljina, I.; Gorenflo, D.: Review on pool boiling heat transfer of wide boiling binary refrigerant mixtures. Proc. IIR Conference on Thermophysical Properties and Transfer Processes of Refrigerants, Vicenza, Italien, 2005.

/20/ Taboas, F.; Bourouis, M.; Coronas, A.: Pool boiling of ammonia/water and its pure components: Comparison of experimental data it the literature with the predictions of standard correlations. International Journal of Refrigeration 30, 5 (2007), S. 778-788.

/21/ Schlünder, E.-U.: Über den Wärmeübergang bei der Blasenverdampfung von Gemischen. VT-Verfahrenstechnik 16 (1982), S. 692-698.

/22/ Thome, J. R.: Prediction of binary mixture boiling heat transfer coefficients using only phase equilibrium data. International Journal of Heat Mass Transfer 26 (1983), S. 965-974.

/23/ Thome, J. R.; Shakir, S.: A new correlation for nucleate pool boiling of aqueous mixtures. AIChE Symposium Series 83 (1987), S. 46-51.

/24/ Jungnickel, H.; Wassilew, P.; Kraus, W. E.: Investigations on the heat transfer of boiling binary refrigerant mixtures. International Journal of Refrigeration 3, 3 (1980), S. 129-133.

/25/ Fath, W.: Wärmeübergangsmessungen an Glatt- und Rippenrohren in einer Standardapparatur für Siedeversuche. Diss., Universität-GH Paderborn, 1986.

/26/ ISMATEC Laboratoriumstechnik GmbH: Bedienungsanleitung für Magnetgekoppelte Zahnradpumpe mit variabler Drehzahl, Wertheim-Mondfeld, 2005.

/27/ AD-Merkblätter: Allgemeine Druckbehälterverordnung, hrsg. von der Vereinigung der Technischen Überwachungsvereine e. V., Essen, 2002.

/28/ Stohmann, G.: Messtechnik im Chemiebetrieb. Einführung in das Messen verfahrenstechnischer Größen. R. Oldenbourg Verlag, München, 1995.

/29/ Pinto, A. D.: Wärmeübergang und Blasenbildung beim Sieden von Propan an einem geschmirgelten Kupferrohr in einem großen Druckbereich. Diss., Universität-GH Paderborn, 1995.

/30/ Luke, A.: New Methods of Characterization for the Microstructure of Heated Surfaces in Boiling. Proc. 3rd European Thermal Sciences Conference 2, Heidelberg, 2000, S. 737 - 742.

/31/ Luke, A.: Beitrag zum Einfluss der Mikrostruktur von Heizflächen auf den Wärmeübergang beim Blasensieden. Diss., Universität-GH Paderborn, 1996.

/32/ Stephan, K.: Beitrag zur Thermodynamik des Wärmeübergangs beim Sieden. Abhandlungen des Deutschen Kältetechnischen Vereins 18, C. F. Müller Verlag, Karlsruhe, 1964.

/33/ Pesch, B.: Bestimmung der Messunsicherheit nach GUM: Grundlagen der Metrologie. Books on Demand, Norderstedt, 2003.

/34/ Gorenflo, D.: Zum Wärmeübergang bei der Blasenverdampfung an Rippenrohren. Diss., TH Karlsruhe, 1966.

/35/ Warnecke, H.-J.: Analysen eines n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisches. Chemie Bericht:, Universität Paderborn, 2007.

/36/ Lambert, M.: Wärmeübergang beim Blasensieden reiner Stoffe im Bereich tiefer Siedetemperaturen. Diss., Universität Karlsruhe (TH), 1990.

/37/ Daubert, T. E.; Danner, R. P.: Physical and thermodynamic properties of pure chemicals. Taylor & Francis, 3. Aufl., New York, 1993.

/38/ Joffe, J.: Vapour-liquid equilibria by the pseudocritical method. Ind. Eng. Chem. Fund. 15 (1976), S. 298-303.

/39/ DDBST GmbH: Dortmunder Datenbank: DDB 2007, Version 5.3, Oldenburg, 2007.

/40/ Span, R. and Wagner, W."Equations of State for Technical Applications. II. Results for Nonpolar Fluids, Int. J. Thermophys., 24, 1 (2003) S. 41-109.

/41/ REFPROP, Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties; NIST Standard Reference Database 23, Version 8.0, 2007.

/42/ Krafczyk, J.: Gleichgewichtsdaten für das n-Pentan/n-Hexadekan-Gemisch, Angebot: DDBST GmbH, Oldenburg, 2007.

/43/ Krokor, C.: Untersuchung des Wärmeübergangs beim Sieden von n-Pentan / -Hexadekan Gemischen. Studienarbeit, Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik, Universität Paderborn, 2007.

/44/ Padberg, G.: Grundlagen der Entgasung von Polymeren. Entgasen von Kunststoffen. VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1980, S. 1-23.

/45/ Ritter, H.: Trennung von Polymer-Lösungen durch Verdampfung im beheizten senkrechten Rohr. Chemie Ingenieur Technik 41, 7 (1969), S. 419-426.

/46/ Biesenberger, J. A.; Lee, S.-T.: A fundamental study of polymer melt devolatilization. Part I bis IV: Experiments, theory and modells on foam-enhanced devolatilization. Polymer Engineering and Science, 26, 14 (1986) S. 982-988.

/47/ Biesenberger, J. A.: Devolatilization of polymers. Fundamentals – equipment – applications. Hanser Verlag, München, 1983.

/48/ Floquet-Muhr, L.; Midoux, N.: Nucleate boiling of non-newtonian fluids in a stirred tank reactor. Chemical Engineering and Processing 33 (1994), S. 459-464.

/49/ Shulman, Z. P.; Levitskiy, S. P.: Growth of vapour bubbles in boiling polymer solutions – I. Rheological and diffusional effects. International Journal of Heat and Mass Transfer 39, 3 (1996), S. 631-638.

/50/ Levitskiy, S. P.; Khusid, B. M.; Shulman, Z. P.: Growth of vapour bubbles in boiling polymer solutions – II. Nucleate boiling heat transfer. International Journal of Heat and Mass Transfer 39, 3 (1996), S. 639-644.

/51/ Gorenflo, D.; Goetz, J.; Bier, K.: Vorschlag für eine Standard-Apparatur zur Messung des Wärmeübergangs beim Blasensieden. Wärme- und Stoffübertragung 16 (1982), S. 69-78.

/52/ Wedeking, M.: Konzentrationsmessung hochviskoser Gemische. Studienarbeit, Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik, Universität Paderborn, 2008. .

/53/ Buljina, I.; Span, R.; Baumhögger, E.: Wärmeübergang beim Behältersieden von n-Pentan/n-Hexadekan-Gemischen. Processnet Fachausschusssitzung Wärme- und Stoffübertragung, Magdeburg, 2008.

/54/ Kurzeja, N.: Skript zum Versuch III: Temperaturmessverfahren. Lehrstuhl für Thermodynamik, Ruhr-Universität Bochum, 2009.

/55/ El-Hawary, T.: Messung der Dichte und Viskosität in der Gasphase von Methan, Stickstoff und Methan-Stickstoff-Gemischen mit einer weiterentwickelten kombinierten Viskositäts-Dichte-Messanlage und einer neuen Viskositätsmessanlage für geringe Gasdichten. Diss., Ruhr-Universität Bochum, 2009.

/56/ Bayer AG Leverkusen: Baysilone-Öle M – Polymere Dimethylsiloxane. Firmeninternes Papier, Leverkusen, 1999.

/57/ Deutsches Institut für Normung: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, NormCD – Stand 2007-03, 1999.

13. Anhang

1A Messunsicherheitsbetrachtung der Messtechnik nach GUM

Die Messungen physikalischer Größen werden erst interpretierbar, wenn neben dem Messwert selbst auch eine Aussage über die vorliegende Messunsicherheit gegeben wird. Um eine international einheitliche, nachvollziehbare und transparente Vorgehensweise zu gewährleisten, wurde 1993 unter der Leitung des BIPM (Bureau International des Poids et Mesures) der „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ (dt.: „Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen“) verabschiedet. Dieser Leitfaden – kurz: GUM – ist nach anfänglicher Kritik inzwischen international als Basis zur Messunsicherheitsbestimmung akzeptiert und wird von verschiedenen Organisationen, wie z. B. dem Deutschen Kalibrierdienst, als verbindlich vorgeschrieben.

Im Folgenden wird unter Berücksichtigung der Vielzahl vorhandener Literatur nur kurz auf die Vorgehensweise eingegangen [DIN 13005] /57/. Es sei zu beachten, dass man zwischen nichtkorrelierten und korrelierten Eingangsgrößen unterscheidet, wobei der besseren Übersichtlichkeit halber nur auf den erstgenannten eingegangen wird.

Hierbei muss zu Beginn die Modellgleichung formuliert werden (Gleichung 1A.1). Von dieser ausgehend, werden alle möglichen Unsicherheitsfaktoren betrachtet. Diese werden nach GUM in zwei Typen unterschieden, die sich durch den vorhandenen Kenntnisstand charakterisieren lassen. Zur ersten Gruppe A werden jene zusammengefasst, deren Größen durch die statische Analyse einer Reihe von unabhängigen Beobachtungen der Eingangsgröße gewonnen werden, die durch den arithmetischen Mittelwert (Gleichung 1A.2) und die empirische Standardabweichung des Mittelwerts (Gleichung 1A.3) charakterisiert sind. Der zweite Typ B hingegen beruht auf anderen messtechnisch oder wissenschaftlich fundierten Kenntnissen, etwa Herstellerspezifikation, Kalibrierscheine, Informationen aus früheren Messungen etc. Anschließend werden die Standardabweichung gebildet und der Verteilungstyp bestimmt (Tabelle 1A.1), wodurch der jeweilige Unsicherheitsfaktor dividiert wird. Eine Herleitung dieser Größen ist /57/ zu entnehmen.

$$y = f(X_1, X_2, \ldots, X_N) \qquad \text{Gl. (1A.1)}$$

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} X_{i,k} \qquad \text{Gl. (1A.2)}$$

$$u(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)}\sum_{i=1}^{n} (X_{i,k} - \bar{x}_i)^2} \qquad \text{Gl. (1A.3)}$$

Tab. 1A.1: Verteilungsart und Standardabweichung.

Verteilungsart	Standardabweichung u(x)
Rechteckverteilung	$1/\sqrt{3}$
Dreieckverteilung	$1/\sqrt{6}$
Normalverteilung	$\sqrt{\delta^2}$

Die Modellgleichung muss man im Anschluss an diese Eingangsgrößen partiell ableiten, um die auftretenden Sensitivitätskoeffizienten c_i zu ermitteln (Gl. 1A.4), wodurch auch die eingehenden Fehlereinflüsse der richtigen Einheit zugeordnet werden. Die Standardmessunsicherheit $u_c(y)$ ergibt sich aus der Summe der Quadrate der Unsicherheitsbeiträge der Eingangsgrößen gemäß Gleichung 1A.5, gewichtet mit den Sensitivitätskoeffizienten. Diese wird zuletzt mit einem Erweiterungsfaktor k multipliziert, um eine erweiterte Messunsicherheit U_e angeben zu können (Gl. 1A.6). Dabei wird dieser Faktor so gewählt, dass die erweiterte Messunsicherheit der Halbweite eines Intervalls entspricht, das zu einem vorgegebenen Anteil die Werte (meistens 95,45%) überdeckt. Dieser Werte, abhängig vom effektiven Freiheitsgrad (Gl. 1A.7), liegt üblicherweise zwischen 2 und 3.

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial X_i} \qquad \text{Gl. (1A.4)}$$

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} c_i^2 \cdot u_i^2} \qquad \text{Gl. (1A.5)}$$

$$U_e = k \cdot u(y) \qquad \text{Gl. (1A.6)}$$

$$\upsilon_{eff} = \frac{u_c(x_i)^4}{\sum_{i=1}^{n} \frac{c_i^4 \cdot u(x_i)^4}{\upsilon_i}} \qquad \text{Gl. (1A.7)}$$

Messunsicherheitsbetrachtung des Wärmeübergangskoeffizienten

Im folgenden Kapitel werden alle Messunsicherheiten betrachtet, die den Wärmeübergangskoeffizienten α beeinflussen, wozu gemäß Gleichung 1A.8 die Wärmestromdichte, die Fläche und die vorhandene Temperaturdifferenz gehören. Dementsprechend erfordert dies eine präzise Untersuchung dieser Einflussfaktoren. Um eine Transparenz der Messunsicherheitsermittlung zu gewährleisten, wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels kurz auf die angewandten Messmethoden und die dabei möglichen Messunsicherheitseinflussgrößen eingegangen. Zum Schluss werden die jeweiligen Abweichungen angegeben und eine Tabelle für fünf verschiedene Wärmestromdichten erstellt.

$$\alpha = \frac{q}{\Delta T} = \frac{Q}{A \cdot (T_W - T_S)} \qquad \text{Gl. (1A.8)}$$

Die Ergebnisse zur Berechnung der jeweiligen Einflüsse sind in der Tabelle 1A.7 wiederzufinden, wo auch die jeweiligen Gewichtungen entnommen werden können.

Messunsicherheit der Heizflächen

Die Wärmeübertragungsfläche, die im vorliegenden Fall die Heizfläche des Heizrohres darstellt, ergibt sich als Mantelfläche eines Zylinders (Gleichung 1A.9). Als Mess- und Fertigungstoleranz sind für den Durchmesser 0,05 mm und für die Länge 0,2 mm angegeben. Entsprechende Einflüsse aufgrund der Oberflächenrauigkeit sind laut der allgemeinen Definition des Wärmeübergangskoeffizienten zu vernachlässigen.

$$A_{Rohr} = \pi \cdot d \cdot l \qquad \text{Gl. (1A.9)}$$

$d = 8 \pm 0{,}05\text{mm}$

$l = 180 \pm 0{,}2\text{mm}$

Bei dem Versuchsrohr handelt es sich um einen homogenen Körper, weswegen die Messunsicherheit an jeder Stelle als gleich groß angenommen wird. Betrachtet werden dabei Einflüsse aufgrund von möglichen Abweichungen bezüglich des Durchmessers und der Länge. Somit ergibt sich für die Messunsicherheit der Fläche eine absolute Abweichung von ±33,16 mm², was relativ ±0,733% entspricht.

Tabelle. 1A.2: Messunsicherheitsbeitrag der Heizfläche.

Flächenfehler A = π * d * l						
	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	υ	u_c
Durchmesser	0,05mm	Rechteck	1,732	565,487	∞	16,3242
Länge	0,2mm	Rechteck	1,732	25,133	∞	2,9021
$u_c(y)=(\sum u_i^2)^{0,5}$						16,5802
$k_p = 2$					>50	
$U_{p=95\%}(y)=k_p*u_c(y)$		Normal				33,160mm²

ΔA/A	**0,007330**	0,7330%

Messunsicherheit der Strommessung

Die Messunsicherheit der Strommessung wird zur Bestimmung derjenigen der Wärmestromdichte benötigt. Es ist zu beachten, dass diese nicht explizit gemessen, sondern über die Messung der anliegenden Spannung U3 und den bekannten Widerstand R_3 rechnerisch ermittelt wird. Der vorliegende elektrische Stromkreis ist in Bild 1A.1 dargestellt. Der Strom wird somit gemäß Gleichung 1A.10 bestimmt.

$$I_{\text{Rohr}} = \frac{U_3}{R_3} \qquad \text{Gl. (1A.10)}$$

R3 … fester Widerstand [10 mΩ]

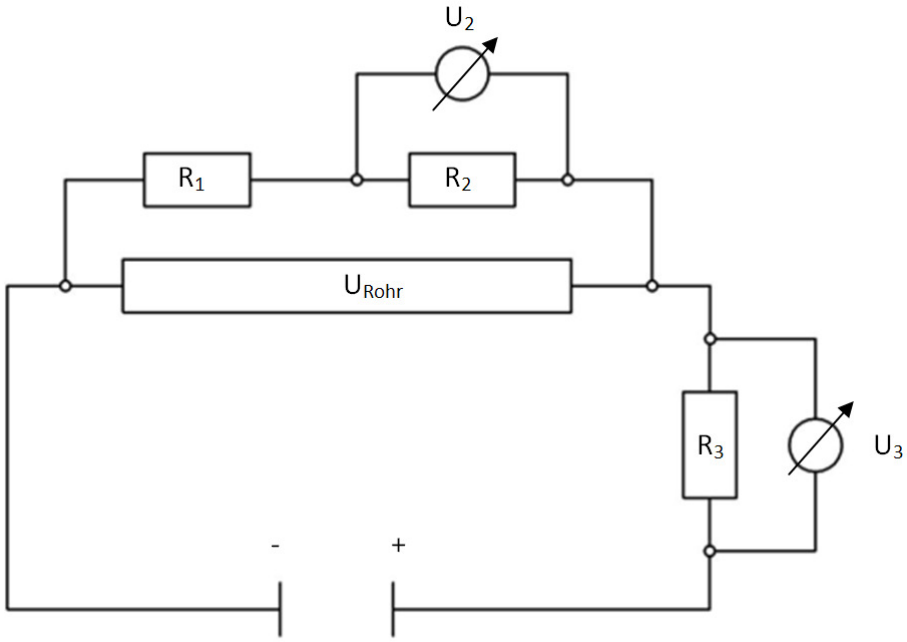


Abb. 1A.3: Elektrischer Stromkreis.

Hier ist der Unsicherheitsbeitrag des festen Widerstands und der Spannungsmessung relevant. Der Hochpräzisionswiderstand [1153S, Burster] wird mit einer Genauigkeit von 0,02 % des Messwerts angegeben. Die mögliche Abweichung der Spannungsmessung ist dem Handbuch des Digitalmultimeters (Agilent 34420 A, Agilent Technologies) entnommen worden und mit den Gleichungen 1A.11 und 1A.12 für die jeweiligen Messbereiche beschrieben. Bei diesen Einflüssen handelt es sich jeweils um Rechteckverteilungen.

$$\Delta U = 0{,}00004 \cdot U_3 + 0{,}0000004\,\mathrm{V} \qquad \textit{für} \quad U_3 < 100\,\mathrm{mV} \qquad \text{Gl. (1A.11)}$$

$$\Delta U = 0{,}000035 \cdot U_3 + 0{,}000004\,\mathrm{V} \qquad \textit{für} \quad U_3 > 100\,\mathrm{mV} \qquad \text{Gl. (1A.12)}$$

Entsprechend ist der Unsicherheitsbeitrag, absolut gesehen, messwertabhängig. Mit zunehmender Spannung nimmt er zu. Die jeweiligen Werte werden mit dem programmierten Excel-Sheet absolut berechnet und anschließend auf den Messwert bezogen für den relativen Messunsicherheitsbeitrag.

Tabelle. 1A.4: Messunsicherheitsbeitrag der Strommessung

Fehler bei Strommessung q > 40000 $I_3 = U_3/R_3$						
	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	υ	u_c
Spannungsmessung	9,50298E-06V	Rechteck	1,732	100	∞	0,00055
Widerstand	0,000002Ω	Rechteck	1,732	1572,28	∞	0,00182
$u_c(y)=(\sum u_i^2)^{0,5}$						0,00190
$k_p = 2$					>50	
$U_{p=95\%}(y)=k_p*u_c(y)$		Normal				0,00379A

ΔI/I	**0,00024**	0,02413%

Ermittlung der Wärmestromdichte

Die vorhandene mittlere Wärmestromdichte q wird ebenfalls nicht explizit gemessen, sondern gemäß Gleichung 1A.13 aus der vorhandenen elektrischen Schaltung (Abb. 1A.1) berechnet. Hierbei ist vor allem der Spannungsabfall an dem kalten Heizleiterende zu berücksichtigen.

$$q_{\text{Rohr}} = \left(U_2 \cdot \left(\frac{R_2}{R_1} + 1 \right) - R_{\text{KE}} \cdot I_{\text{Rohr}} \right) \cdot \frac{I_{\text{Rohr}}}{A_{\text{Rohr}}} \qquad \text{Gl. (1A.13)}$$

RKE … Widerstand der kalten Enden [0,05515 Ω]

R1 … fester Hochpräzisionswiderstand [100 kΩ]

R2 … fester Hochpräzisionswiderstand [1 kΩ]

Die benötigte vorliegende Thermospannung am Rohr wird ebenfalls nicht explizit gemessen, sondern über die Messung der Spannung U_2 bestimmt (Gl. 1A.14).

$$U_{\text{Rohr}} = \frac{R_2}{R_1} \cdot U_2 \qquad \text{Gl. (1A.14)}$$

Hierbei wird die Strom- und Spannungsversorgung mit einem Hochleistungsnetzteil mit einer Spannungsstabilität von 1 mV erzeugt. Dieses Netzteil ist mit LCD-

Kontrollanzeigen jeweils für Strom und Spannung versehen. Für die benötigte Heizleistung wird die Ausgangsspannung stufenlos über einen Grob- und einen Feinregler eingestellt.

Messunsicherheit der Wärmestromdichte

Anhand der Gleichung A1.14 wird deutlich, dass mehrere Einflussfaktoren von zentraler Bedeutung sind. Hierzu zählen die Unsicherheitsbeiträge der beiden verwendeten Hochpräzisionswiderstände, die der kalten Enden, welche jeweils laut Hersteller mit 0,01% aufgeführt sind, sowie die möglichen Abweichungen der Flächen- Strom- und Spannungsmessung, deren Unsicherheit auch durch die Gleichungen A1.11 und A1.12 charakterisiert ist.

Die durchgeführten Berechnungen haben gezeigt, dass die Einflussdimension der bereichsabhängigen Größen minimal sind. Minimale Schwankungen sind erst ab der dritten Nachkommastelle zu entnehmen. weswegen die vorhandenen Abweichungen vom Sollwert für jeden Bereich in derselben Größenordnung liegen. Der Messunsicherheitsbeitrag der Wärmestromdichte ist somit maßgeblich vom Flächenfehler abhängig und hat eine Größenordnung von etwa ±0,7435%.

Tabelle. 1A.5: Messunsicherheitsbeitrag der Wärmestromdichte.

Fehlereinfluss Wärmestromdichte q > 40000 $q = (U_2 * (R_2/R_1 +1) - R_{KE} * I_{Rohr})*I_{rohr}/A_{rohr}$						
	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	υ	u_c
Flächenfehler	33,1603mm²	Normal	2	22296932,69	∞	369,6865
Strommessung	0,00379A	Normal	2	6135,760	∞	11,6371
Spannungsmessung	1,40918E-05V	Rechteck	1,732	355763,443	∞	2,8945
R_1 (1kΩ)	0,1Ω	Rechteck	1,732	101,564	∞	5,8638
R_2 (100kΩ)	10Ω	Rechteck	1,732	1,016	∞	5,8638
$u_c(y)=(\sum u_i^2)^{0,5}$						902,9403
$k_p = 2$					>50	
$U_{p=95\%}(y)=k_p*u_c(y)$		Normal				1805,8805W/m²

$\Delta q/q$	**0,0181**	1,8136%

Messunsicherheit der Temperatur

Die Temperatur in der Anlage und vor allem im Pool wird mit Thermoelementen und Platin-Widerstandsthermometern gemessen. Dabei besteht die Möglichkeit, simultan an bis zu 50 Stellen die Temperatur zu messen. Der grundlegende Vorteil besteht darin, dass man nicht nur die Oberflächentemperaturen und die mittleren Badtemperaturen messen, sondern ein detailliertes Bild der Temperaturgradienten im Pool generieren kann. Die Anordnung der Temperaturmesselemente im Verdampfer ist in Bild 1A.2 dargestellt.

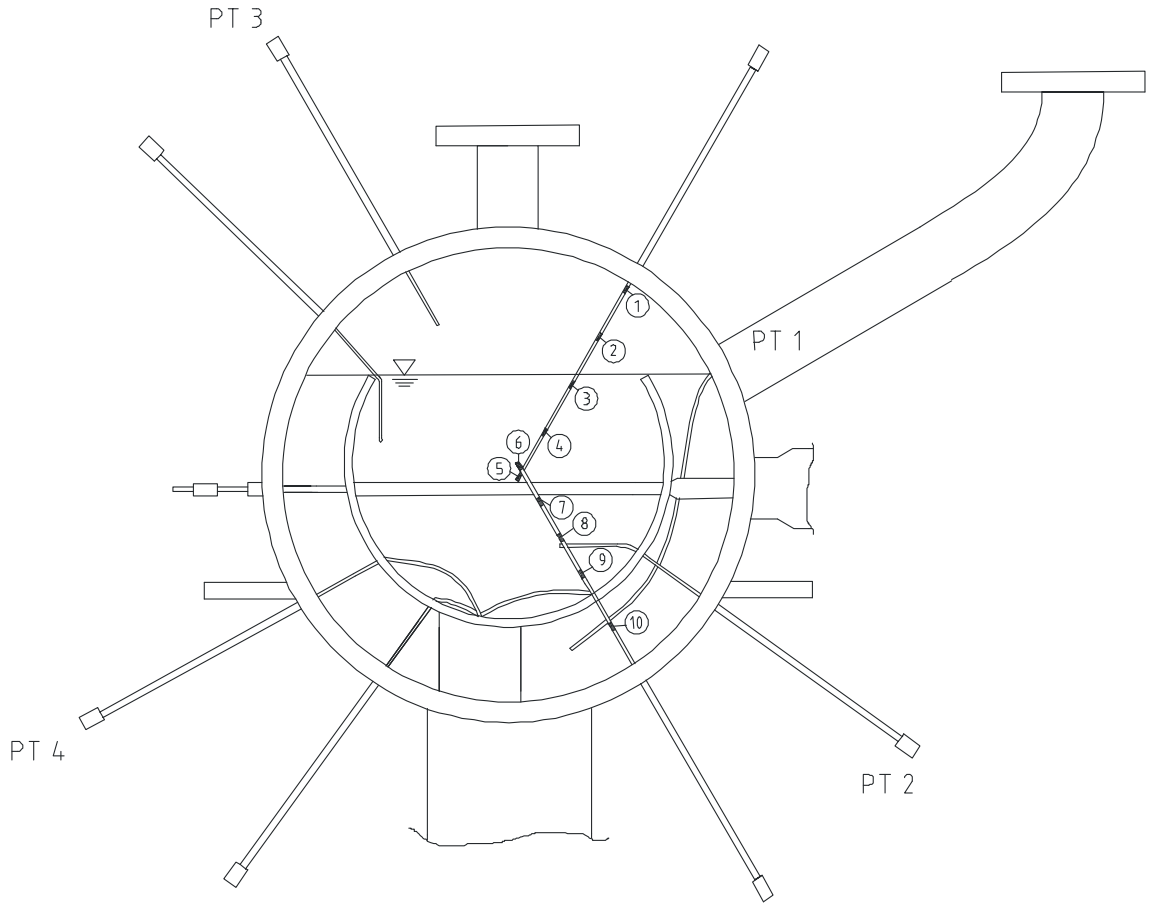


Abb. 1A.2: Anordnung der Temperaturmessfühler im Verdampfer.

Dabei muss zwischen der Messunsicherheitsbestimmung bei der Messung von Temperaturdifferenzen und Absoluttemperaturen differenziert werden, die auch in unterschiedlichen Kapiteln besprochen werden.

Messung der Temperaturdifferenz

Wie in Bild 1A.2 zu erkennen, sind mehrere Thermoelemente zwischen der Heizfläche und der siedenden Flüssigkeit und unterhalb davon angebracht. Die verwendeten Thermoelemente sind dabei alle vom selben Typ (Typ K, Klasse 1),

damit mögliche Abweichungen und Alterungsprozesse simultan beschrieben werden können. Das Funktionsprinzip basiert hierbei auf der Existenz der von Seebeck entdeckten Thermospannungen zweier unterschiedlicher Materialpaarungen. Zu deren Berechnung wird die Gleichung 1A.15 verwendet.

$$U_{th} = \sum_{i=0}^{8} B_i \cdot \Delta T^i \qquad \text{Gl. (1A.15)}$$

Die Koeffizienten haben dabei folgende Größenordnungen: B_0 = -17,60041369, B_1 = 38,92120498, B_2 = 0,01855877, $B_3 = -9{,}95 \cdot 10^{-5}$, $B_4 = 3{,}18 \cdot 10^{-7}$, $B_5 = -5{,}61 \cdot 10^{-10}$, $B_6 = 5{,}61 \cdot 10^{-13}$, $B_7 = -3{,}20 \cdot 10^{-16}$, $B_8 = 9{,}72 \cdot 10^{-20}$

Die benötigte Referenztemperatur wird hierbei grundsätzlich von einem zweiten verschalteten Thermoelement zur Verfügung gestellt. Bei sehr großen Temperaturdifferenzen ist auch eine Verschaltung mit einem Platin-Widerstandsthermometer möglich (Bild 1A.3). Um nicht für jedes Thermoelement eine einzelne Referenzstelle zu nutzen, ist diese für alle zusammengefasst. Dabei werden Thermoelementstecker in einen massiven Kupferklotz (Abb. 1A.4) eingesteckt. Dies gewährleistet eine möglichst einheitliche Temperatur aller Referenzstellen. Der Kupferklotz befindet sich dabei in der Klimakammer, um mögliche Einflüsse durch Temperaturgradienten zu minimieren. Nach jeder Messreihe wird die Nullspannung bei ausgeschalteter Rohrheizung aufgezeichnet, um anschließend die gemessene Temperaturdifferenz einzelner Thermoelemente um diesen Betrag zu korrigieren. Diese einzelnen Temperaturmessstellen werden nach ihren Einflusswinkeln gewichtet und anschließend der arithmetische Mittelwert gemäß Gleichung 1A.2 gebildet, der letztlich um den Rohrwand-Korrekturfaktor bereinigt wird.

Die auftretenden Spannungssignale der Thermoelemente sind dabei sehr gering. Dies erfordert eine Verstärkung, die mit einem Operationsverstärker realisiert wird. Dessen Darstellung in nichtinvertierender Schaltung ist ebenfalls Bild 1A.3 zu entnehmen. Hierbei ist ein Kondensator mit der Kapazität C mit einem Widerstand R_a parallel geschaltet, der als Tiefpass fungiert. Sein Widerstand fällt mit steigender Frequenz f ab und somit auch der Verstärkungsfaktor A_V. So werden hochfrequente Rauschsignale gefiltert und niedrigfrequente verstärkt, die durch Temperaturänderungen am Messpunkt entstehen. Der Verstärkungsfaktor lässt sich gemäß Gleichung 1A.16 ermitteln:

$$A_V = \frac{U_a}{U_e} \cong \frac{R_a}{R_e} \cdot \frac{R_c}{R_c + R_a} + 1 \qquad \text{Gl. (1A.16)}$$

mit $R_c = \frac{1}{j \cdot \omega \cdot C}$ und $\omega = 2\pi \cdot f$

Operationsverstärker produzieren grundsätzlich durch interne systematische Fehler Offsetspannungen, die je nach Wahl zwischen einigen Mikrovolt und Millivolt liegen können. Um mögliche große Fehlereinflüsse zu vermeiden, muss der Verstärkungsfaktor möglichst gering sein, was maßgeblich von der Auswahl des verwendeten Operationsverstärkers abhängt. Entsprechend wurde ein Präzisions-OP MAX430 der Firma Maxim verwendet, welcher eine Chopper-Stabilisierung aufweist, d. h. der Offsetwert wird durch interne Messung und Korrektur des Fehlers reduziert.

Somit hängt der Verstärkungsfaktor maßgeblich von der Wahl der Widerstände R_e und R_a ab, die im vorliegenden Fall 1 MΩ und 1 kΩ sind. Die Kapazität ist dabei so gewählt geworden, dass eine Eckfrequenz des Hochpasses bei etwa 10 Hz liegt. Daraus ergibt sich eine Verstärkung in der Größenordnung von 1000 ± 1. Nach der Verstärkung erfolgt die Umwandlung der analogen Signale in digitale Messdaten mit einem Messrechner, wozu eine A-D/D-A-Karte verwendet wird.

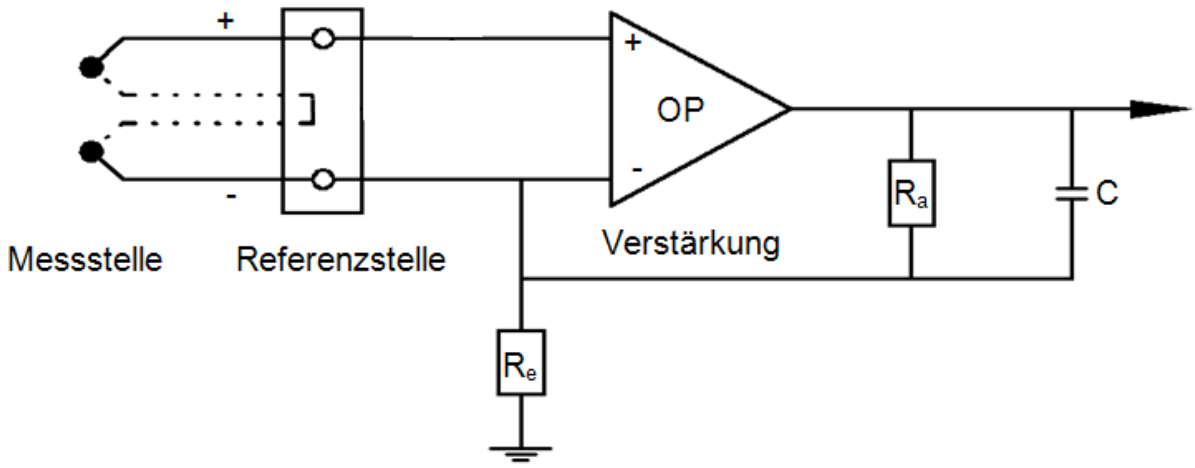


Abb. 1A.3: Schaltungsaufbau der Verstärker von Thermospannungen der Thermoelemente.

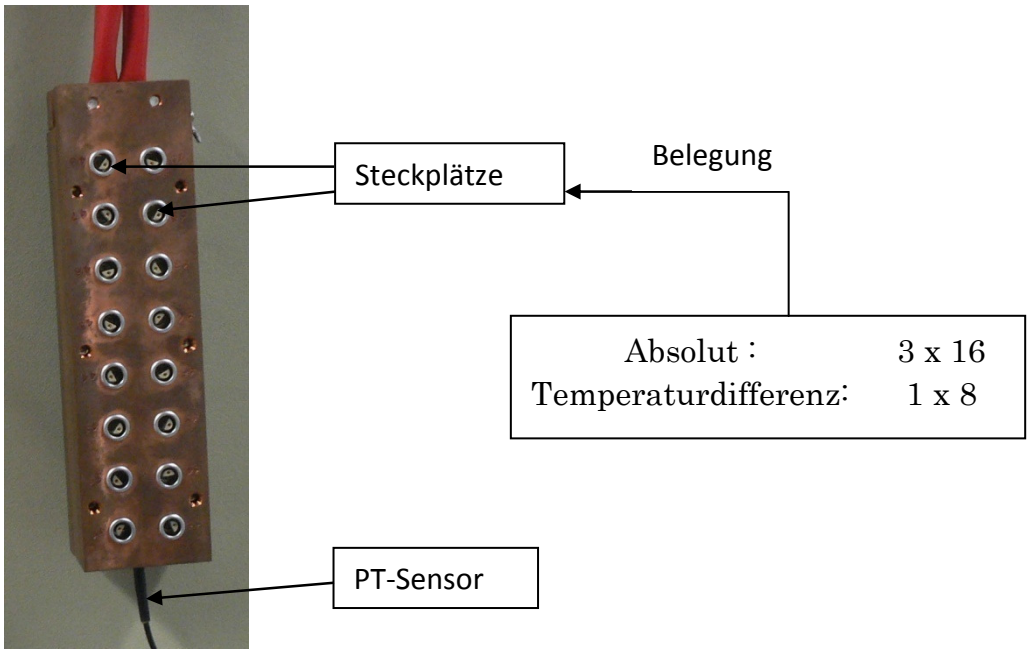


Abb. 1A.4: Thermoelement mit Verstärkung mit PT100-Referenzstelle.

Messunsicherheit der Temperaturdifferenz

Die Messunsicherheit bei der Messung der Temperaturdifferenz setzt sich aus den Anteilen der Toleranzen der Thermoelemente, des Referenzmediums, des Verstärkers, der A-D/D-A-Karte, der Offset-Werte, der Thermospannung im Kupferklotz, des Nullpunktsdrifts und dem Umrechnungsfehler des Messrechners von Volt in Kelvin zusammen.

Wie oben beschrieben, wird die Referenztemperatur von einem zweiten Thermoelement zur Verfügung gestellt. Da die verwendeten Thermoelemente alle vom selben Typen sind und davon ausgegangen werden kann, dass die Unsicherheiten beider in derselben Größenordnung liegen, wird die Hersteller-angabe von 0,004·ΔT zweimal verwendet.

Die Unsicherheit des Verstärkers lässt sich mit einem Offset- und einem Gain-Wert angeben. Der erstgenannte Wert ist durch eine Verstärkerkalibirierung getilgt worden. Der Gain kann bei einem Faktor von 1000 um ±1 schwanken, was 0,1 % entspricht. Zusätzlich muss noch ein Nullpunktdrift von ± 2 µV berücksichtigt werden, der eine Unsicherheit von ± 0,05 K erzeugt.

Der Anteil der A-D/D-A-Karte, aus dem der Offsetwert wieder herauskalibriert wurde, beträgt laut Hersteller 0,1 %, wobei die Übertragung des Messsignals von der Karte zum Messrechner als ideal angenommen wird.

Die Temperaturverteilung im Kupferklotz kann nicht als ganz isotherm angesehen werden. Der vorliegende Temperaturgradient bewirkt eine Thermospannung, die in der Größenordnung von ungefähr 2 mK liegt und zur Messunsicherheitsbetrachtung mit herangezogen werden muss.

Zusätzlich ist der Fehler bei der Umrechnung des digitalen Spannungswertes in einen Temperaturwert zu berücksichtigen. Da mit exakten Gleichungen gerechnet wird, ist eine Iteration zwingend erforderlich. Dies wird auf 0,001 K genau durchgeführt, was somit als Messunsicherheit mit einbezogen werden muss.

Da die letztgenannten Größen für jeden Temperaturbereich konstant sind, ist eine Abnahme der relativen Fehler mit Zunahme des Temperaturbereiches zu beobachten, da dieser Anteil entsprechend weniger gewichtet wird (Abb. 1A.4).

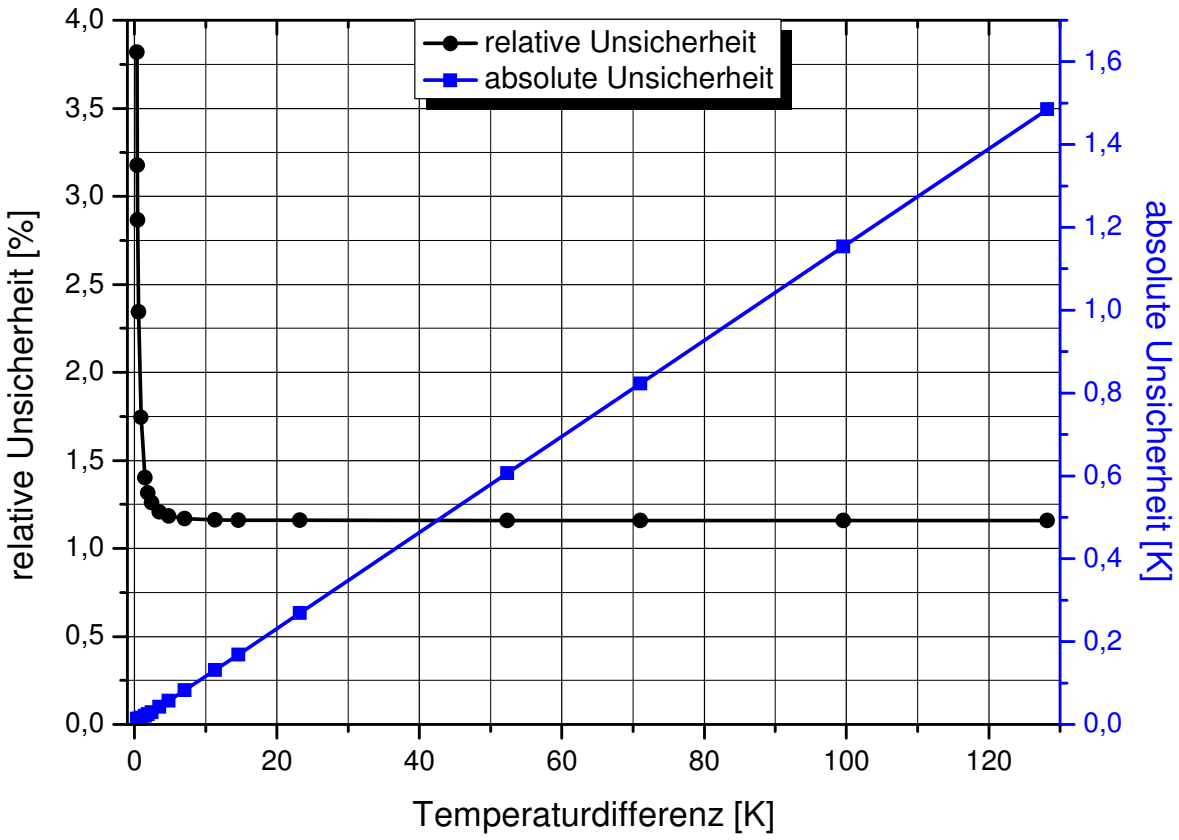


Abb. 1A.4: Absolute und relative Messunsicherheit der Temperaturmessung.

Tabelle. 1A.6: Messunsicherheitsbeitrag für Thermoelemente (∆T).

Fehlereinflüsse der Temperatur						
	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	υ	u_c
2 * TE-Toleranz	0,2319K	Rechteck	1,732	1	∞	0,13387
Umrechnungsfehler	0,001K	Rechteck	1,732	1	∞	0,00057
Verstärker	8,9369E-07V	Rechteck	1,732	20560,718	∞	0,01061
Nullpunktsdrift	0,01K	Rechteck	1,732	1	∞	0,00577
Temperaturgradient im Cu-Block	0,002K	Rechteck	1,732	1	∞	0,00115
$u_c(y) = (\sum u_i^2)^{0,5}$						0,13442
$k_p = 2$					>50	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$		Normal				0,26884K

∆T/T	**0,0160**	1,1594%

Messunsicherheit des Wärmeübergangskoeffizienten α

Anhand der Messunsicherheitsermittlung den relevanten Größen (ΔT, q, A) sind die Voraussetzungen gegeben, um die Unsicherheit des gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten α anzugeben. Ausgehend von Gleichung 1A.7 wird hierfür entsprechend $u_c(\Delta T)$, $u_c(Q)$ und $u_c(A)$ benötigt. Entsprechend der Vorgehensweise nach GUM und der Angabe von erweiterten Messunsicherheiten sind die ermittelten Werte als normalverteilt anzusehen. Somit ergeben sich ein Divisor von 2 und eine Erweiterung in derselben Größenordnung, die sich gegenseitig aufheben. Ergo lässt sich neben der üblich verwendeten Methode zu Vergleichszwecken die Messunsicherheit des Wärmeübergangskoeffizienten α gemäß Gleichung 1A.17 aus den relativen Anteilen ermitteln:

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T}\right)^2 + \left(\frac{\Delta q}{q}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T}\right)^2 + \left(\frac{\Delta Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2} \qquad \text{Gl. (1A.17)}$$

Da die beiden erstgenannten Werte wie beschrieben messwertabhängig sind, ist zur Entlastung ein Excel-Sheet erstellt worden (Anhang A-1), das es ermöglicht, durch die Eingabe der Messwerte die Messunsicherheit zu erhalten. In der Tabelle 1A.2 sind diese für 5 Bereiche (512,528; 5022,341; 41583,7; 99576,3) aufgelistet.

Tab. 1A.7: Messunsicherheitsbeiträge für fünf Messpunkte.

$\dot{q}$ [kW/m^2]	54,908	512,528	5022,341	41583,7	99576,3
$\triangle T$	0,562	1,492	3,492	11,302	23,187
$\Delta A/A$	0,743 %				
$\Delta l/l$	0,026 %	0,025 %	0,024 %	0,025 %	0,024 %
$\Delta \dot{q}/\dot{q}$	0,745 %	0,745 %	0,744 %	0,744 %	0,743 %
$\Delta T/T$	3,82 %	1,40 %	1,21 %	1,16 %	1,16 %
$\Delta \alpha/\alpha$	3,89 %	1,59 %	1,42 %	1,38 %	1,379 %

Tabelle. 1A.8: Messunsicherheitsbeiträge für den Wärmeübergangskoeffizienten.

Fehler Wärmeübergangskoeffizient						
	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	υ	u_c
Temperatur	0,2688 K	Normal	2	185,211	∞	24,8961
Wärmestromdichte	739,9478 W/m²K	Normal	2	0,043	∞	15,9561
$u_c(y) = (\sum u_i^2)^{0,5}$						63,7859
$k_p = 2$					> 50	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$		Normal				15348,54 W/m²K

Δα/α =	**0,01377**	1,3771 %

Tabelle 1A.9: Excelsheet zur Messunsicherheitsbestimmung von α.

Eingabe

I [A]	15,7228	**A [m²]**	0,004464	**B_0**	-17,6004136
ΔT_M [K]	23,187	**R_1 [Ω]**	1000	**B_1**	38,92120498
q [W/m²]	99576,3	**R_2 [Ω]**	100000	**B_2**	0,01855877
U_{Rohr}[V]	29,1221	**R_3 [Ω]**	0,01	**B_3**	-9,95E-05
α	4294,47	**R_{KE} [Ω]**	0,05515	**B_4**	3,18E-07
		U_2 [V]	0,28834	**B_5**	-5,61E-10
		U_3 [V]	0,15723	**B_6**	5,61E-13
		U_{thermo} [V]	8,94E-04	**B_7**	-3,20E-16
				B_8	9,72E-20

Ausgabe

∆T/T	1,1594 %		
∆A/A	0,7430 %		
∆I/I; U < 10 V	-	**∆I/I; U > 10 V**	0,0241 %
∆q/q;U< 10 V	-	**∆q/q;U > 10 V**	0,7431 %
∆α/α;U <10 V	-	**∆α/α;U > 10 V**	1,3771 %

Messunsicherheit der Platin-Widerstandsthermometer

Die Temperatur in der Anlage und vor allem im Pool wird mit Thermoelementen und Platin-Widerstandsthermometern gemessen. Unter Zuhilfenahme der PT100 werden Absoluttemperaturen gemessen, die im Pool für die Thermoelemente als Referenztemperatur zur Verfügung stehen. Weitere PT sind im Refraktometer und im Klimakammer zu finden. Diese Anlagenkomponenten benötigen zur internen Berechnung der Prozessparameter die Absoluttemperaturen, wofür die PT100 besonders gut geeignet sind. Zudem werden noch an zwei Stellen in der Anlage die Temperaturen gemessen, um dort mögliche Temperaturgradienten bestimmen zu können. Die genaue Anordnung findet sich in Bild 3-1 wieder.

Kalibrierung der Widerstandsthermometer

Alle acht genutzten Platin-Widerstandsthermometer wurden vor Gebrauch sorgfältig kalibriert. Die Mindestmesszahl liegt hierbei nach der Student-t-Verteilung bei 10, um zuverlässige Aussagen zu erlauben. Entsprechend wurde entschieden, 11 Messpunkte für den Messbereich der Anlage (0 bis 150°C) anzufahren. Für die

Kalibrierung bei 0°C werden die Widerstandtshermometer mit einem Referenzthermometer in ein Eisbad gesteckt, bis ein thermisches Gleichgewicht vorhanden ist. Für alle anderen Messpunkte sind die Vergleichstemperatur mit einem Wasserbadthermostat eingestellt. Das Messprogramm notiert hierbei automatisch die Widerstände der Platin-Widerstandsthermometer und die Temperaturen der Referenzthermometer. Um mögliche Hystereseffekte nicht zu vernachlässigen, werden die Messungen nicht nur bei der Erwärmung, sondern auch bei der Abkühlung aufgenommen.

Nach der Kalibrierung ist eine Messunsicherheitsbetrachtung möglich. Hierbei wird die von Callender entwickelte quadratische Gleichung für Platin-Widerstands-thermometer als Modellgleichung verwendet (Gleichung 1A.18):

$$R(t) = R_0 \left(1 + At + Bt^2\right) \qquad \text{Gl. (1A.18)}$$

Zur Bestimmung der Koeffizienten R_0, A und B wird die in /54/ genannte Gleichung 1A.19 verwendet:

$$\begin{pmatrix} N & \sum t_i & \sum t_i^2 \\ \sum t_i & \sum t_i^2 & \sum t_i^3 \\ \sum t_i^2 & \sum t_i^3 & \sum t_i^4 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} R_0 \\ A \\ B \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum R_i \\ \sum \left(R_i \cdot t_i\right) \\ \sum \left(R_i \cdot t_i^2\right) \end{pmatrix} \qquad \text{Gl. (1A.19)}$$

Nun werden alle möglichen Messfehler einbezogen und anschließend die Messunsicherheit bestimmt.

Zu nennen sind hier mehrere Einflussgrößen. Hierzu zählt zum Einen die Abweichung aufgrund der Kennlinienanpassung der Regressionsrechnung, des weiteren der Messunsicherheitsbeitrag des Digitalmultimeters (Agilent 34420 A, Agilent Technologies) aufgrund von thermoelektrischen Kräften und Offset-Spannung, die zwar durch eine automatische Offsetkompensation, eine Nullpunktskorrektur und durch eine periodische Umpolung des fließenden Stroms weitestgehend kompensiert werden, jedoch noch einen geringen Unsicher-heitseinfluss bewirken, der durch Gleichungen im Benutzerhandbuch (S. 284) beschrieben wird. Die Einflusswerte von Referenztemperatur und -brücke basieren auf den jahrzehntelangen Erfahrungen des Lehrstuhls für Thermodynamik an der Ruhr-Universität-Bochum, die auch jährlich im Rahmen des Messtechnischen Laborpraktikums überprüft werden. Ebenfalls ist der Unsicherheitsbeitrag durch die

Selbsterwärmung des Messwiderstands nicht zu vernachlässigen, die durch Gleichung 1A.18 für jedes einzelne Widerstandsthermometer berechnet worden ist. Zudem wurden die Einflüsse des örtlichen Gradienten und der Thermospannung, die sich wiederum auf Erfahrungswerte stützen, und der über den Schaft des Thermometers zu- oder abfließende, experimentell ermittelte Wärmestrom, bei der Unsicherheitsbestimmung berücksichtigt. Die jeweiligen möglichen Schwankungsbereiche und Koeffizienten der Gleichung 1A.19 sind der Tabelle 1A.3 zu entnehmen. Die genauen Berechnungen sind im Anhang A inklusive Abweichungsdiagrammen vorzufinden.

$$\delta(T_{Sel}) = K_e \cdot R(I)^2 \qquad \text{Gl. (1A.19)}$$

Tab. 1A.10: Anpassungskoeffizienten der Platin-Widerstandsthermometer.

	R_0 [in Ω]	A	B	Unsicherheitsbeitrag
PT1	100,0228	3,9100·10-3	-6,0663·10-7	0,076
PT2	99,9313	3,9074·10-3	-6,3124·10-7	0,078
PT3	99,9870	3,9274·10-3	-7,4414·10-7	0,216
PT4	99,8785	3,9369·10-3	-7,1377·10-7	0,153
PT5	99,9912	3,9210·10-3	-6,3259·10-7	0,028
PT6	100,0755	3,9174·10-3	-6,3940·10-7	0,021
PT7	99,9350	3,9170·10-3	-6,0618·10-7	0,055
PT8	99,9067	3,9222·10-3	-6,5000·10-7	0,091

Tab. 1A.11: Messunsicherheitsbestimmung nach GUM für PT2.

	$\delta(x_i)$ / Ω	$\delta(x_i)$ / K	Verteilung	Divisor	c_i	υ	$u_i(y)$
Anpassung $u_c(a_i)$	0,0125		Student	1	2,62	8	0,0329
DMM	0,0029		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0044
Ref.Temp		0,0050	Normal	2	1	∞	0,0025
Ref.Brücke		0,0100	Rechteck	1,732	1	∞	0,0058
Selbsterw.		0,0024	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0003
Örtl. Grad.		0,0050	Rechteck	1,732	1	∞	0,0029
Wärmeableitung	0,0097	0,0234	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0027
Thermospannung	0,0020		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0030
$u_c(y)=(\text{Summe } u_i^2)^{0.5}$			Normal				0,0341
υ_{eff}						10	
k_p						2,28	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$			für t_{max}= 150 °C				0,078 K

Tab. 1A.12: Messunsicherheitsbestimmung nach GUM für PT5.

	$\delta(x_i)$ / Ω	$\delta(x_i)$ / K	Verteilung	Divisor	c_i	υ	$u_i(y)$
Anpassung $u_c(a_i)$	0,0038		Student	1	2,62	8	0,0099
DMM	0,0029		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0044
Ref.Temp		0,0050	Normal	2	1	∞	0,0025
Ref.Brücke		0,0100	Rechteck	1,732	1	∞	0,0058
Selbsterw.		0,0024	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0003
Örtl. Grad.		0,0050	Rechteck	1,732	1	∞	0,0029
Wärmeableitung	0,0098	0,0236	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0027
Thermospannung	0,0020		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0030
$u_c(y)=(\text{Summe } u_i^2)^{0.5}$			Normal				0,0645
υ_{eff}						30	
k_p						2,09	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$			für t_{max}= 150 °C				0,028 K

Tab. 1A.11: Messunsicherheitsbestimmung nach GUM für PT6.

	δ (x_i) / Ω	δ (x_i) / K	Verteilung	Divisor	c_i	υ	$u_i(y)$
Anpassung $u_c(a_i)$	0,0021		Student	1	2,62	8	0,0054
DMM	0,0029		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0044
Ref.Temp		0,0050	Normal	2	1	∞	0,0025
Ref.Brücke		0,0100	Rechteck	1,732	1	∞	0,0058
Selbsterw.		0,0024	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0003
Örtl. Grad.		0,0050	Rechteck	1,732	1	∞	0,0029
Wärmeableitung	0,0096	0,0231	Rechteck	1,732	0,2	∞	0,0027
Thermospannung	0,0020		Rechteck	1,732	2,62	∞	0,0030
$u_c(y)=(\text{Summe } u_i^2)^{0.5}$							0,0106
υ_{eff}			Normal			> 50	
k_p			für t_{max}= 150 °C			2	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$							0,021 K

Messunsicherheit der Druckmessung

Der Siededruck wird in der Anlage unter Zuhilfenahme eines mit dem Drucksensor verbundenen Edelstahlrohres (d = 6 mm) gemessen. Um mögliche direkte Einflüsse in Folge der möglichen hohen Temperaturen bis zu 150 °C zu vermeiden, wird diese außerhalb der Anlage auf der gleichen Höhe wie der Messpunkt konstruiert. Durch diesen Aufbau werden mögliche Einflussgrößen aus der geodätischen Höhendifferenz weitestgehend ausgeschlossen.

Als Drucksensoren werden Präzisions-Druckaufnehmer der Firma Sensotec (Modell Honeywell Super TJE, AP111) [Abb. 5.4] eingesetzt. Diese messen den Relativdruck zwischen dem Prozessraum und der internen Druckkammer, die durch eine mit Dehnungsmessstreifen versehene Metallmembran vom Prozessraum abgetrennt ist. Die DMS-Anordnung wird durch die elastische Verformung der Membran infolge des Relativdrucks verzerrt, wodurch sich die Ohmschen Widerstände R1 bis R4 verändern. Indem man die 4 Widerstände zu einer Wheatstone´schen Messbrücke verschaltet, kann die durch die geringe Widerstandsänderung erzeugte Brückenspannung U_{Speise} gemessen werden [Abb. A1.5].

Abb. 1A.4: Sensotec Honeywell Super TJE AP11.

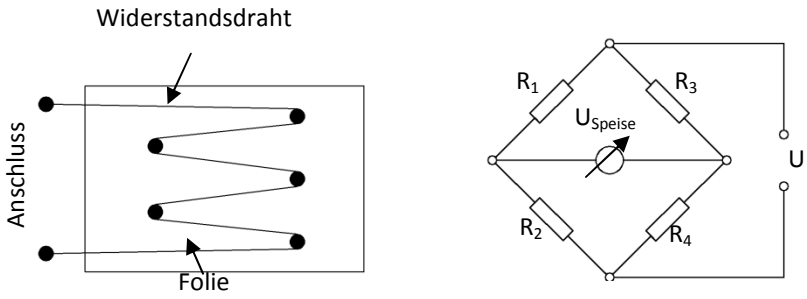


Abb. 1A.5: Prinzipieller Aufbau einer DMS (links), DMS-Anordnung zu einer Wheatstone´schen Messbrücke (rechts).

Da von einem linearen Zusammenhang zwischen Verformung, Druckänderung und Brückenspannungsänderung ausgegangen werden kann, kann durch Messung der Brückenspannung U_{Speise} bei zwei unterschiedlichen, bekannten Drücken der absolute Druck bestimmt werden. Der Messbereich beträgt für den kleinen Druckaufnehmer 0 – 75 psi (≅ 0 - 5,17 bar) und für den großen 0 – 750 psi (≅ 0 - 51,71 bar) bei einer Versorgungsspannung U_{Speise} von 9 V. Zur Digitalisierung der Druckaufnehmer-Messsignale werden je zwei Kanäle des Messgeräts belegt (Versorgungsspannungs- und Brückenspannungsmessung).

Kalibrierung der Druckaufnehmer

Die Druckaufnehmer müssen vor ihrem Einsatz noch kalibriert werden. Es wird eine interne Kalibrierung durchgeführt, bei der sich der Referenzdruck durch die Gleichung 1A.19 errechnet. So ergeben sich z. B. für einen Druck von 27 bar eine Abweichung von 0,013 % und bei 5 bar eine von 0,05 %.

$$\frac{\Delta p}{p} \leq \left(\frac{0{,}001\text{MPa}}{p} + 0{,}01 \right)\% \qquad \text{Gl. (1A.19)}$$

Für den kleinen Druckaufnehmer werden 9 Werte gemessen (s. A3) und anschließend eine quadratische Regression durchgeführt, um einen mathematischen Zusammenhang zwischen der Eingangs- und der Ausgangsgröße zu ermitteln (Gl. 1A.20):

$$p\left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) = A + B \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) + C \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right)^2 \qquad \text{Gl. (1A.20)}$$

Nach der Messung dieser Werte und dem Vergleich mit dem Referenzwert ergibt sich die Abweichungstabelle (Abb. 1A.6) für den kleinen Druckaufnehmer mit der durch die Regressionsrechnung erhaltenen Gleichung 1A.21:

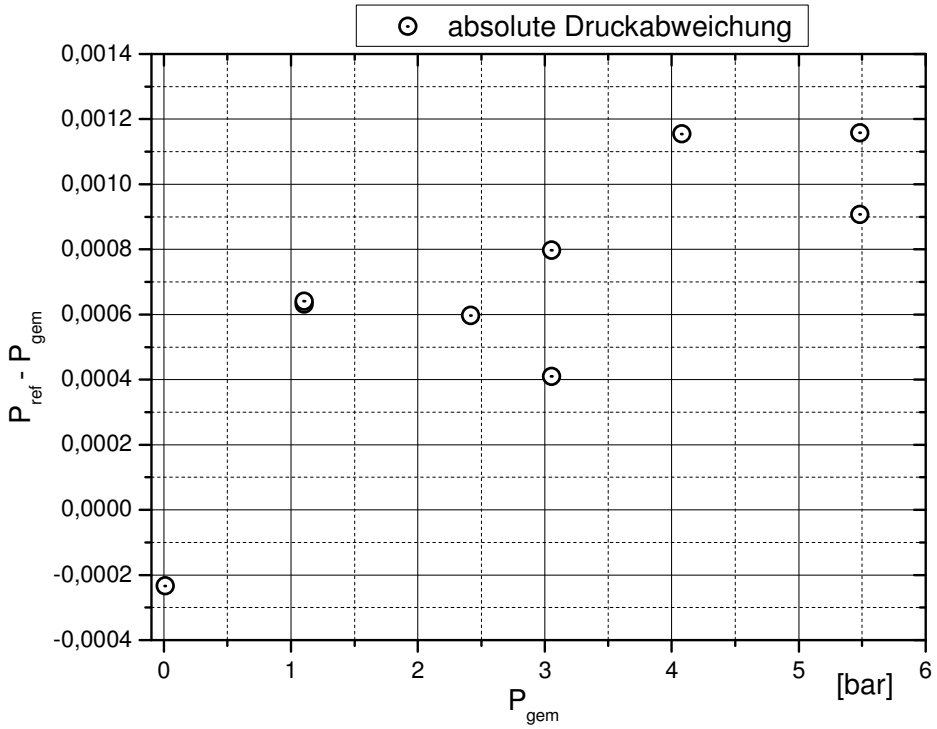


Abb. 1A.6: Absolute Druckabweichung des kleinen Druckaufnehmers.

$$p\left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) = 0{,}9796 + 2587{,}1233 \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) + 563{,}0314 \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right)^2 \qquad \text{Gl. (1A-21)}$$

Entsprechend derselben Vorgehensweise erhält man für den großen Druckaufnehmer das absolute Druckabweichungsdiagramm [Abb. 1A.7] mit der zugehörigen Gleichung 1A.22. Da in der Anlage hauptsächlich mit diesem gearbeitet wird, ist die Anzahl der Kalibrierungspunkte auf 18 angepasst worden.

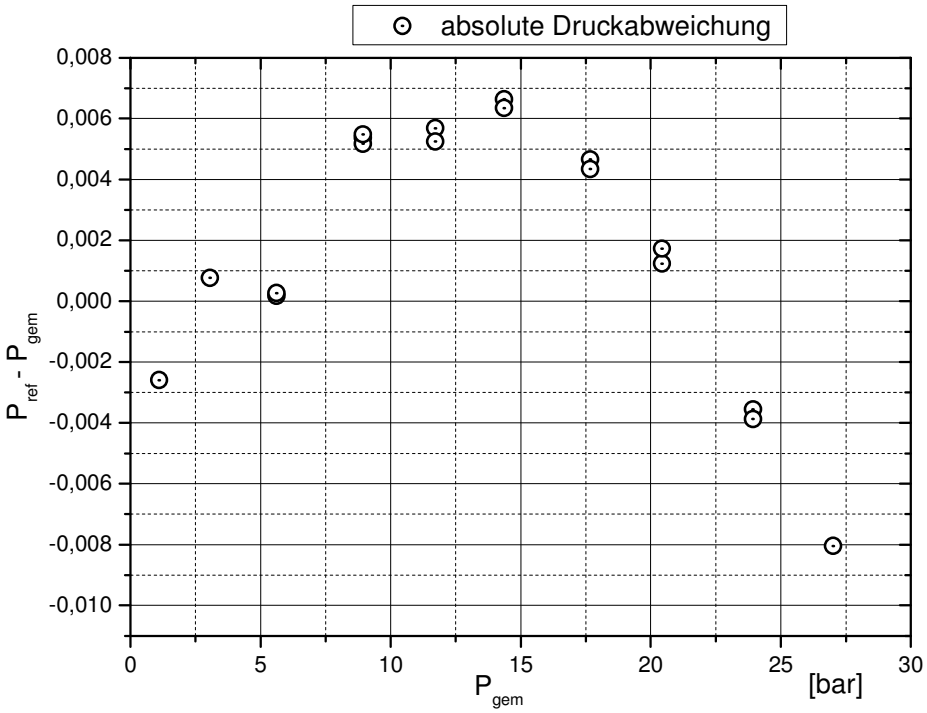


Abb. 1A.7: Absolute Druckabweichung des großen Druckaufnehmers.

$$p\left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) = 1{,}0217 + 25866{,}099 \cdot \left(\frac{U}{U_{\text{Speise}}}\right) \qquad \text{Gl. (A1-22)}$$

Messunsicherheitsbestimmung

Die mögliche Messunsicherheit der Druckmessung setzt sich aus den Anteilen des Drucksensors und denen des Messgerätes zusammen. Die mögliche Messungenauigkeit des Sensotec STJC AP111 ist durch die Kalibrierung und die zugehörige Regressionsrechnung charakterisiert. Zudem ist eine Abweichung des Referenzdrucks gemäß Gleichung 1A.19 zu berücksichtigen. Die Messunsicherheit umfasst zudem die Ungenauigkeit des Messgeräts für die Brücken- und die Speisespannung. Hierbei sind der Anpassungsfehler als Student- und die

zusätzlichen Anteile als Rechteckverteilungen anzusehen. Nach Ermittlung des effektiven Freiheitsgerades gemäß Gleichung 1A.7 muss der ermittelte Messunsicherheitsbeitrag mit dem zugehörigen Erweiterungsfaktor k = 2 für ein Vertrauensniveau von 95,45% erweitert werden. Der kleine Drucksensor weist somit für einen Druck von p = 5 bar eine Unsicherheit von 1,9 mbar auf.

Das zu messende Druckniveau des großen Drucksensors ist aufgrund der Verwendung einer doppeltwirkenden Gleitringdichtung an der Zahnradpumpe auf 16 bar limitiert. Dieser Wert ist mit einer Messunsicherheit von 24 mbar behaftet.

Tab. 1A.12: Messunsicherheitsbestimmung für den Druckaufnehmer bis 5 bar.

	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	ν_i	$u_i(y)$ / bar
Anpassung $u_c(a_i)$	0,000504658	Student	1	1	9	0,00050466
Referenzdruck	0,0006	Rechteck	1,7320508	1	∞	0,00034641
Speisespannung	0,0003085	Rechteck	1,7320508	0,2906263	∞	5,1764E-05
Spannung	4,31485E-06	Rechteck	1,7320508	289,14989	∞	0,00072032
$u_c(y) = (\text{Summe } u_i^2)^{0,5}$						0,00094669
ν_{eff}					111,45235	
k_p					1,96	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$		für p = 5 bar				0,00185552

Tab. 1A.13: Messunsicherheitsbestimmung für den Druckaufnehmer bis 16 bar.

	$\delta(x_i)$	Verteilung	Divisor	c_i	ν_i	$u_i(y)$ / bar
Anpassung $u_c(a_i)$	0,009196	Student	1	1	16	0,009196
Referenzdruck	0,0017	Rechteck	1,7320508	1	∞	0,0009815
Speisespannung	0,0003085	Rechteck	1,7320508	5,0240665	∞	0,00089485
Spannung	4,54455E-06	Rechteck	1,7320508	2890,0669	∞	0,00758295
$u_c(y) = (\text{Summe } u_i^2)^{0,5}$						0,01199298
ν_{eff}					46,284233	
k_p					2,01	
$U_{p=95\%}(y) = k_p * u_c(y)$		für p =16 bar				0,0241059

2A Ergebnisse der Wärmeübergangsmessungen

Einteilung der Tabellenspalten:
Spalte 1 (von oben nach unten)*:* **p*;** p_s/bar; T_s/°C; $\alpha_{20\,000}$; $\alpha/\alpha_{0;}$ n (aus $\alpha \sim q^n$)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

Tab A2.1: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan; p_k = 33,7 bar;**

1	2	3	4
0,035	96214,65	13,634	7057,09
1,199	68258,33	13,516	5050,03
41,320	50282,89	13,400	3752,53
1530,6	20310,64	12,859	1579,47
0,510	9228,02	12,507	737,82
0,921	4839,07	11,122	435,08
	3211,80	9,559	336,01
	1441,42	5,065	284,60
	141,44	0,679	208,27

1	2	3	4
0,097	95501,18	8,615	11085,41
3,272	69970,34	8,074	8666,14
75,898	52996,95	7,618	6956,95
3019,7	21644,27	6,331	3418,84
1,00	10679,94	5,457	1957,22
0,810	4726,58	4,528	1043,88
	1454,80	3,740	389,01
	502,53	2,100	239,25
	172,98	0,868	199,38
	53,33	0,325	164,24

1	2	3	4
0,192	98421,08	6,474	15203,37
6,772	69782,54	5,961	11706,00
106,297	49187,63	5,418	9078,15
4856,2	22225,28	4,280	5193,35
1,6084	10421,66	3,450	3020,89
0,770	4856,30	2,810	1727,99
	1519,94	2,513	604,91
	524,71	1,914	274,13
	165,73	0,810	204,54
	46,51	0,272	170,95

1	2	3	4
0,467	100925,1	4,740	21292,55
15,754	72181,58	4,156	17369,43
150,402	51086,60	3,582	14260,94
8552,5	19864,37	2,536	7832,39
2,8328	10418,66	1,889	5516,70
0,735	4892,12	1,549	3158,66
	1383,46	1,213	1140,95
	492,50	0,927	531,21
	164,76	0,700	235,38
	40,56	0,222	182,55

Tab A2.2: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a =0,661 µm, D = 8 mm,
n-Pentan; p_k = 33,7 bar;

1	2	3	4
0,036	93510,42	13,414	6970,91
1,214	68673,34	13,277	5172,33
41,750	48127,91	13,150	3659,87
	20310,64	12,859	1579,47
	9228,02	12,507	737,82
	4839,07	11,122	435,08
	3211,80	9,559	336,01
	1441,42	5,065	284,60
	495,56	1,743	284,32
	141,44	0,679	208,27

1	2	3	4
0,097	99850,86	8,776	11378,21
3,286	67751,31	8,096	8368,805
75,945	51813,29	7,633	6787,734
	21217,62	6,299	3368,528
	9444,062	5,265	1793,877
	4891,115	4,524	1081,169
	1448,105	3,885	372,773
	502,751	2,108	238,504
	121,896	0,759	160,574
	57,75	0,338	170,687

1	2	3	4
0,200	92658,64	6,356	14579,14
6,727	71599,87	5,948	12038,57
106,515	50366,43	5,385	9352,51
	20814,69	4,179	4980,57
	11109,27	3,51	3165,38
	4973,88	2,817	1765,86
	1383,91	2,451	564,74
	491,73	1,881	261,36
	157,79	0,776	203,30
	46,42	0,278	166,87

1	2	3	4
0,456	93115,01	4,593	20275,10
15,385	72575,40	4,172	17395,88
148,862	49447,37	3,572	13841,86
	21545,72	2,491	8650,36
	10699,43	1,835	5831,82
	6546,93	1,746	3749,68
	4764,41	1,668	2855,62
	1412,35	1,296	1090,12
	487,50	0,990	492,19
	164,94	0,723	228,01

1	2	3	4
0,0348	93844,46	13,553	6924,25
1,173	67345,38	13,384	5031,72
40,831	47925,94	13,225	3623,80
	19511,61	12,915	1510,76
	9608,145	12,868	746,64
	4892,201	12,459	392,67
	2765,826	7,853	352,20
	1422,206	4,459	318,91
	530,846	1,937	274,10
	156,198	0,686	227,68

1	2	3	4
0,467	95947,43	2,770	34643,87
15,734	67954,88	2,451	27723,57
150,051	48656,76	2,182	22303,19
12507,2	19782,81	1,534	12892,05
3,80	10118,42	1,185	8536,25
0,735	4812,59	1,264	3806,23
	2951,49	1,029	2868,90
	1442,38	0,825	1748,06
	533,45	0,648	823,18
	159,01	0,538	295,38
	42,85	0,209	204,99

[1] Spalte 1 (von oben nach unten)*:* **p*;** p_s/bar; T_s/°C; $\alpha_{20\,000}$; $\alpha/\alpha_{0;}$ n (aus $\alpha \sim q^n$)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

3A Ergebnisse der Wärmeübergangsmessungen

Einteilung der Tabellenspalten:
Spalte 1 (von oben nach unten): p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol,%); $\dot{m}$ / (kg/h)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α W/m² K

Tab A3.1: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan/n-Hexadekan;**

1	2	3	4
	93600,07	14,300	6545,54
1,2163	69866,81	13,848	5045,32
41,7405	47863,07	13,448	3559,03
0,14	19833,94	13,077	1516,71
	9353,52	12,397	754,49
	4811,54	9,338	515,23
	1524,46	5,106	298,58
	524,76	2,197	238,81
	161,93	0,772	209,83
	50,33	0,287	175,61

1	2	3	4
	95100,37	9,120	10427,27
3,367	69273,10	8,430	8217,06
76,787	49856,04	7,799	6393,03
0,14	19948,75	6,384	3124,58
	10696,35	5,517	1938,88
	4982,01	4,571	1089,91
	1620,07	3,560	455,13
	606,26	2,360	256,85
	165,57	0,862	192,02
	52,68	0,341	154,61

1	2	3	4
	94571,70	7,156	13216,46
6,612	67395,84	6,358	10599,50
105,337	47536,38	5,621	8456,89
0,14	19753,30	4,204	4698,26
	9858,10	3,386	2911,02
	4756,97	2,722	1747,69
	1454,19	2,022	719,15
	489,33	1,464	334,15
	126,34	0,631	200,21
	53,79	0,31	173,47

1	2	3	4
	95854,63	15,699	6105,79
1,177	67810,58	15,189	4464,33
40,787	50338,14	14,933	3370,88
0,27	20294,66	15,196	1335,56
	9925,00	14,252	696,41
	4877,70	10,687	456,43
	1445,32	4,685	308,52
	482,98	1,897	254,63
	166,22	0,755	220,21
	47,54	0,252	188,80

1	2	3	4
	98378,70	10,186	9657,80
3,213	70320,46	9,336	7532,35
75,115	48547,88	8,503	5709,64
0,27	19952,81	6,783	2941,76
	10115,60	5,700	1774,71
	4799,53	4,842	991,16
	1400,03	3,588	390,15
	524,22	2,118	247,56
	144,56	0,755	191,58
	55,21	0,333	165,75

1	2	3	4
	96412,35	8,605	11203,86
6,615	67936,44	7,567	8977,45
105,50	50247,18	6,749	7445,11
0,27	20373,56	4,672	4361,23
	9672,57	3,615	2675,86
	4799,30	2,905	1652,18
	1425,45	2,205	646,36
	499,40	1,803	277,03
	166,87	0,807	206,71
	46,57	0,270	172,27

Tab A3.2[1]: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm,
n-Pentan/n-Hexadekan;

1	2	3	4
	92430,58	18,482	5001,10
1,179	68358,11	18,041	3789,09
40,7602	49210,14	17,946	2742,15
0,64	19062,35	17,631	1081,21
	9654,47	17,119	563,96
	4869,22	12,044	404,29
	1598,61	5,608	285,07
	583,43	2,337	249,69
	186,81	0,862	216,80
	85,24	0,403	211,50

1	2	3	4
	98699,25	11,289	8742,78
	68312,45	10,242	6669,58
3,243	46490,12	9,267	5016,88
75,550	20855,29	7,328	2846,16
0,64	9499,01	5,931	1601,54
	4868,41	5,147	945,86
	1472,87	3,997	368,54
	504,67	2,116	238,53
	160,16	0,817	196,06
	54,54	0,329	165,77

1	2	3	4
	98717,74	10,194	9684,39
6,624	68407,95	8,645	7913,17
105,747	48160,23	7,367	6537,02
0,64	20106,81	5,063	3971,53
	10184,23	3,976	2561,61
	5144,60	3,186	1614,85
	1460,56	2,323	628,73
	538,30	1,870	287,83
	154,60	0,774	199,71
	49,28	0,311	158,46

1	2	3	4
	96558,46	22,979	4202,11
1,166	67846,48	22,028	3080,04
40,757	47582,96	21,744	2188,32
1,07	19684,67	21,674	908,23
	9654,02	19,232	501,98
	5045,09	12,902	391,04
	1559,71	5,424	287,58
	561,36	2,246	249,99
	182,77	0,857	213,29
	73,52	0,373	197,01

1	2	3	4
	98551,09	12,646	7793,08
3,216	68722,21	11,538	5955,97
75,539	48983,10	10,500	4665,11
1,07	20285,42	7,915	2562,93
	10031,28	6,505	1542,16
	5059,23	5,580	906,61
	1531,74	4,142	369,82
	555,26	2,312	240,21
	163,41	0,832	196,45
	61,52	0,364	168,88

1	2	3	4
	95753,95	12,009	7973,22
6,698	66313,38	10,167	6522,12
106,41	48716,60	8,778	5550,07
1,07	20166,25	5,860	3441,43
	9919,85	4,502	2203,64
	4931,87	3,556	1386,84
	1602,94	2,590	618,80
	592,35	2,138	277,09
	175,30	0,854	205,16
	56,30	0,331	170,12

[1] Spalte 1 (von oben nach unten): p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol.%);
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

Tab A3.3[1]: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan/n-Hexadekan;**

1	2	3	4
	95697,94	25,239	3791,68
1,176	68562,06	24,063	2849,29
40,981	51599,90	23,773	2170,51
1,14	20319,71	23,657	858,92
	9491,49	20,686	458,84
	5030,69	12,609	398,97
	1472,33	4,703	313,06
	570,63	2,149	265,56
	186,48	0,865	215,52

1	2	3	4
	97714,63	13,485	7246,21
3,285	70837,71	12,362	5730,46
76,330	47634,05	11,143	4274,74
1,14	20259,19	8,426	2404,50
	9828,34	6,784	1448,83
	4774,35	5,695	838,36
	1406,85	4,533	310,36
	495,24	2,100	235,82
	166,76	0,845	197,24
	53,56	0,326	164,31

1	2	3	4
	95384,59	13,448	7092,74
6,753	66819,66	11,560	5780,36
106,529	49147,66	10,093	4869,26
1,14	18578,13	6,528	2845,87
	9380,83	5,030	1864,85
	4762,59	3,991	1193,29
	1445,37	3,355	430,78
	512,88	2,097	244,61
	156,94	0,770	203,88
	37,06	0,228	162,40

1	2	3	4
	98878,02	14,514	6812,75
6,6774	70884,26	12,682	5589,35
106,546	52146,46	10,977	4750,38
1,14	20646,25	7,073	2919,18
Pumpe	10336,85	5,160	2003,31
Aus	4999,11	3,910	1278,39
	1398,79	2,586	541,01
	517,05	1,869	276,67
	156,97	0,778	201,77

1	2	3	4
	98851,50	13,133	7527,11
6,7543	68784,33	11,252	6113,23
106,558	47506,41	9,437	5033,82
1,14	20026,44	6,492	3084,69
	9751,24	4,899	1990,39
	4953,55	3,885	1275,17
	1540,41	3,217	478,87
	569,47	2,243	253,89
	193,66	0,932	207,71
	70,64	0,392	180,37
	Konntrol-	messug	

1	2	3	4
	94380,09	80,461	1173,00
1,022	65263,70	73,035	893,59
40,739	47301,57	64,973	728,02
11,3	18695,93	36,460	512,78
	9406,66	21,426	439,03
	4844,66	12,760	379,69
	1425,68	4,348	327,86
	510,90	1,511	338,09

[1] Spalte 1 (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol.%);
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

Tab A3.4[1]: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan/n-Hexadekan;**

1	2	3	4
	91672,79	65,53	1398,77
2,929	70338,11	59,84	1175,28
77,078	49182,45	53,12	925,86
11,3	19519,84	35,19	554,70
	9355,68	20,73	451,14
	4805,73	13,68	351,10
	1414,97	5,30	266,71
	492,27	2,22	222,14

1	2	3	4
	91125,23	49,682	1834,18
5,847	63505,50	43,105	1473,26
106,811	46104,80	38,155	1208,37
11,3	18489,21	25,744	718,19
	9444,63	18,324	515,42
	4797,11	11,868	404,20
	1465,73	5,134	285,50
	502,35	2,026	247,95
	163,91	0,731	224,31

1	2	3	4
	97433,42	104,127	935,72
0,950	67476,60	90,513	745,49
43,117	46250,22	75,561	612,09
23,1	21317,64	43,985	484,65
	9406,28	23,735	396,31
	4850,02	15,173	319,64
	1440,59	5,513	261,30
	531,74	2,384	223,03
	161,71	0,864	187,18

1	2	3	4
	90862,22	81,309	1117,50
2,572	67374,09	72,220	932,91
78,090	45731,61	64,202	712,31
23,1	19685,67	43,342	454,20
	9267,40	25,339	365,74
	4788,79	14,655	326,76
	1431,69	5,354	267,43
	494,93	2,191	225,84
	163,19	0,843	193,64

1	2	3	4
	63453,75	60,120	1055,46
5,204	46712,48	51,407	908,67
108,678	20125,84	35,675	564,15
23,1	9422,45	24,520	384,27
	4815,83	14,613	329,57
	1463,71	5,351	273,54
	516,70	2,241	230,54
	155,23	0,805	192,80

1	2	3	4
	65716,30	128,727	510,51
0,746	20276,15	51,511	393,63
42,537	9816,10	28,490	344,55
41,8	5201,88	16,880	308,16
	1510,89	6,020	250,97
	516,31	2,399	215,25
	157,47	0,864	182,26

[1] Spalte 1 (von oben nach unten): p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol.%);
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

Tab A3.5[1]: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan/n-Hexadekan;**

1	2	3	4
	45817,09	94,385	485,43
1,900	30328,45	69,019	439,42
78,011	18542,58	46,525	398,55
41,8	9269,67	26,387	351,30
	4834,55	15,439	313,14
	1481,78	5,796	255,66
	516,84	2,339	220,93

1	2	3	4
	33877,25	71,292	475,19
3,574	26859,86	60,269	445,67
107,288	18935,26	46,231	409,58
41,8	9838,79	27,305	360,33
	5342,73	16,553	322,77
	1523,41	5,769	264,05
	561,46	2,490	225,51
	136,95	0,771	177,65

1	2	3	4
	63183,54	130,854	482,86
0,509	48635,09	106,739	455,65
44,823	18646,16	49,642	375,61
60,1	10608,02	31,297	338,95
	5824,40	19,205	303,28
	2079,57	8,202	253,54
	728,43	3,381	215,45
	289,37	1,496	193,40

1	2	3	4
	44723,37	96,201	464,90
1,211	30227,60	70,674	427,70
78,476	18308,68	47,314	386,96
60,1	9201,28	27,017	340,57
	4775,35	15,737	303,44
	1451,64	5,828	249,08
	477,51	2,257	211,54
	129,62	0,725	178,75

1	2	3	4
	45018,59	96,718	465,46
1,179	30247,03	73,500	411,53
79,631	18378,71	50,912	360,99
60,1	18378,71	50,912	360,99
	4820,07	18,060	266,89
Ohne	1440,68	7,060	204,06
Pumpe	523,71	3,116	168,08
	166,81	1,158	144,02

1	2	3	4
	30210,78	437,20	69,100
2,140	20029,93	403,60	49,628
107,098	9154,31	350,25	26,136
60,1	4746,29	311,26	15,249
	1396,23	255,96	5,455
	497,95	215,29	2,313

[1] Spalte 1 (von oben nach unten): p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol.%);
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

Tab A3.6[1]: Feinmittelsandgestrahltes Kupferrohr P_a = 0,661 µm, D = 8 mm, **n-Pentan/n-Hexadekan;**

1	2	3	4
	30104,95	68,228	441,24
2,142	19940,84	48,882	407,94
106,971	9214,15	26,373	349,38
60,1	4837,87	15,445	313,22
	520,69	2,383	218,54
	158,13	0,846	186,94
	Kontroll-messung		

1	2	3	4
	63441,79	134,393	472,06
0,167	47224,61	106,936	441,62
46,358	20056,94	54,446	368,38
84,1	10144,80	31,482	322,24
	5022,08	17,789	282,31
	1609,86	7,035	228,84
	536,17	2,775	193,24
	144,04	0,902	159,74

1	2	3	4
	43766,89	97,964	446,76
0,359	30072,59	72,975	412,10
76,584	18461,63	49,333	374,22
84,1	9358,92	28,326	330,40
	4766,54	16,341	291,70
	1446,12	6,113	236,57
	511,93	2,540	201,54
	163,50	0,919	177,90

1	2	3	4
	29785,10	69,888	426,18
0,654	18389,79	47,743	385,18
105,951	9227,37	27,283	338,21
84,1	4793,68	15,794	303,52
	1427,05	5,717	249,62
	510,43	2,396	213,03
	163,54	0,888	184,26

1	2	3	4
	24776,62	61,169	405,05
0,038	18261,26	47,615	383,52
107,473	9615,54	28,299	339,79
100	5075,99	16,636	305,11
	1439,33	5,793	248,46
	487,57	2,302	211,78
	152,94	0,823	185,89

1	2	3	4
	42617,92	96,826	440,15
0,013	18474,60	50,15	368,39
76,418	9183,83	28,269	324,88
100	4839,16	16,729	289,27
	1480,00	6,233	237,45
	513,21	2,524	203,37
	167,50	0,959	174,64

[1] Spalte 1 (von oben nach unten): p_s/bar; T_s/°C; x_{C16H34} (mol.%);
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/W/m² K

4A Ergebnisse der Wärmeübergangsmessungen

Einteilung der Tabellenspalten:
Spalte 1 (von oben nach unten)*:* **p*;** p_s/bar; T_s/°C; $\alpha_{20\,000}$; $\alpha/\alpha_{0;}$ n (aus $\alpha \sim q^n$)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Tab A4.1: *Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm,* **n-Pentan; p_k = 33.7 bar**

1	2	3	4
0,035	90103,34	16,219	5555,250
42,930	64992,43	15,235	4265,954
1,199	47757,73	13,003	3672,750
1746,45	19753,77	10,564	1869,978
0,58	10574,19	8,982	1177,224
0,825	4747,38	7,815	607,479
	2840,53	7,124	398,748
	785,19	3,309	237,312
	110,90	0,606	183,041

1	2	3	4
0,100	101292,0	10,702	9464,77
3,401	70182,02	8,503	8253,80
78,201	50347,32	7,509	6704,93
2593,79	21859,02	6,704	3260,59
1	11032,90	5,335	2068,02
0,802	4482,72	4,697	954,38
	1903,18	4,038	471,32
	788,67	2,844	277,31
	276,48	1,163	237,73

1	2	3	4
0,198	96884,09	6,713	14432,309
6,665	70662,64	6,041	11697,176
105,277	55108,64	6,022	9151,218
4697,22	23270,20	4,716	4934,308
1,45	11040,23	4,014	2750,430
0,782	5553,21	3,681	1508,615
	1998,80	2,738	730,024
	742,63	2,111	351,790
	50,72	0,325	156,070

1	2	3	4
0,451	97106,96	5,494	17675,09
15,199	69706,31	4,332	16091,02
147,168	50831,11	3,875	13117,70
7402,53	23119,23	2,564	9016,86
2,58	12413,83	2,457	5052,43
0,701	4961,95	1,759	2820,89
	2353,11	1,291	1822,71
	704,183	0,851	827,47
	459,178	0,763	601,80

5A Ergebnisse der Wärmeübergangsmessungen

Einteilung der Tabellenspalten:

Spalte 1: (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; $\xi_{Silikonöl}$ (mass,%); $\dot{m}$ / (kg/h)

Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²

Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K

Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Tab A5.1: Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm, **n-Pentan/Silikonöl M100k**

1	2	3	4
1,242	99046,2	16,527	5992,878
41,518	67017,83	12,055	5559,538
2,09	46056,38	10,687	4309,661
47,33	19451,53	9,486	2050,603
	9375,65	8,271	1133,559
	5652,813	7,559	747,785
	2229,055	6,549	340,36
	1239,373	5,028	246,474
	543,67	2,561	212,295
	146,861	0,785	187,176
	56,464	0,309	182,75

1	2	3	4
1,252	95318,72	16,999	5607,222
41,865	59120,59	11,405	5183,761
2,09	44120,91	10,297	4284,974
11,86	18266,81	8,578	2129,477
	9382,749	8,289	1131,89
	2761,01	7,11	388,332
	837,014	4,184	200,069
	449,363	2,722	165,076

1	2	3	4
1,248	99317,10	19,638	5057,384
41,537	65134,11	12,795	5090,431
2,09	46317,14	11,301	4098,335
23,66	1009,31	4,763	211,902
	8802,44	8,512	1034,173
	5389,80	8,128	663,146
	2731,08	7,200	379,340
	797,35	4,740	168,228
	422,91	2,764	153,020
	51,89	0,906	57,283

1	2	3	4
3,402	93864,45	23,311	4026,589
76,725	51006,56	12,81	3981,664
2,09	44537,85	12,36	3603,389
23,66	19098,6	8,708	2193,194
	8615,621	6,471	1331,513
	5485,52	5,720	958,937
	1768,646	4,787	369,456

1	2	3	4
3,406	91998,62	19,642	4683,867
76,382	58924,73	12,458	4729,999
2,09	42903,63	9,634	4453,187
94,66	17134,06	5,501	3114,709
	8635,67	4,329	1995,063
	4320,046	3,688	1171,513
	1739,044	3,528	492,911
	881,197	3,061	287,845
	433,718	1,836	236,293
	129,33	0,58	222,991
	43,774	0,336	130,280

1	2	3	4
6,806	99576,30	23,187	4294,47
106,258	57559,79	14,556	3954,38
2,09	41583,67	11,302	3679,395
23,66	19193,09	7,038	2727,125
	9162,718	4,792	1912,258
	5022,341	3,492	1438,237
	1971,843	2,365	833,624
	1090,375	1,882	579,391
	512,528	1,492	343,44

Tab A5.2[1]: Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm, **n-Pentan/Silikonöl M100k**

1	2	3	4
1,241	28011,260	118,856	235,675
41,931	24606,680	83,147	295,941
27,52	19638,870	22,360	878,287
47,33	13395,220	16,154	829,216
	8808,877	13,194	667,623
	5474,164	11,588	472,412
	2922,629	9,865	296,277
	1164,039	7,097	164,019
	405,327	3,995	101,461
	153,067	1,771	86,414

1	2	3	4
1,122	28370,16	119,417	237,572
42,080	24374,00	71,053	343,039
27,52	18309,71	18,400	995,081
94,66	13208,64	15,559	848,922
	8770,790	13,251	661,875
	3914,244	11,453	341,755
	2667,531	9,386	284,212
	922,463	5,558	165,957
	432,494	2,883	149,992
	131,104	1,021	128,357
	59,100	0,556	106,252

1	2	3	4
3,221	28310,090	128,191	220,843
76,516	24154,820	93,756	257,635
27,52	18127,630	45,954	394,469
47,33	13059,660	17,289	755,358
	5634,561	10,999	512,261
	8774,528	13,567	646,777
	2642,908	7,406	356,840
	928,840	4,772	194,634
	432,833	3,128	138,376
	132,120	1,203	109,847
	51,681	0,562	92,028

1	2	3	4
3,215	28039,18	126,339	221,937
76,316	24241,73	92,897	260,952
27,52	18349,77	44,179	415,354
94,66	12226,28	16,948	721,402
	8639,932	12,986	665,331
	4290,739	9,049	474,189
	2762,782	7,341	376,371
	870,573	4,367	199,367
	306,640	2,831	108,312
	119,690	0,939	127,463
	51,497	0,380	110,403

1	2	3	4
6,4257	27673,010	116,301	237,943
104,548	23584,360	82,868	284,602
27,52	17522,460	50,165	349,300
47,33	12640,500	24,460	516,788
	8589,554	12,392	693,170
	4287,243	8,082	530,459
	2718,292	6,491	418,765
	906,433	3,505	258,603
	444,124	2,475	179,433
	92,500	0,863	107,206
	54,908	0,341	160,963

1	2	3	4
6,467	27734,78	119,153	232,766
105,115	23422,97	81,563	287,175
27,52	16699,78	46,408	359,847
94,66	13038,45	26,645	489,348
	8652,732	12,855	673,100
	4230,154	8,407	503,154
	2618,501	6,453	405,776
	862,528	3,416	252,489
	448,726	2,272	197,486

[1] Spalte 1: (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; $\xi_{Silikonöl}$ (mass,%); $\dot{m}$ / (kg/h)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Tab A5.3[1]: Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm, **n-Pentan/Silikonöl M100k**

1	2	3	4
1,0159	28391,430	139,223	203,928
40,858	24204,150	105,456	229,519
51,12	18630,490	59,73	311,912
47,33	13261,820	35,983	368,561
	8690,061	26,539	327,443
	4246,623	17,941	236,695
	2591,510	14,056	184,375
	902,394	7,563	119,311

1	2	3	4
1,029	28093,27	140,177	200,413
40,986	24336,90	104,985	231,812
51,12	18041,89	51,421	350,866
94,66	13128,18	34,703	378,299
	8613,667	26,437	325,824
	5232,082	20,399	256,492
	2671,176	14,734	181,289
	896,840	7,98	112,389

1	2	3	4
3,083	23974,410	131,934	159,829
76,581	17047,070	86,767	196,470
51,12	13091,290	49,965	262,007
47,33	8648,492	26,56	325,623
	8648,459	26,515	326,172
	4251,354	15,189	279,905
	2578,216	11,778	218,901
	873,823	6,765	129,160
	427,859	4,029	106,199

1	2	3	4
6,323	17864,37	109,233	163,543
105,946	11940,45	53,189	224,49
51,12	8526,085	30,513	279,423
47,33	4199,362	14,194	295,858
	2598,331	10,155	255,875
	877,898	5,541	158,425
	428,119	3,568	119,996
	287,109	2,836	101,224

1	2	3	4
1,026	17226,100	98,922	174,139
42,216	13130,600	67,814	193,627
70,84	8782,869	46,006	190,906
47,33	4284,022	29,929	143,139
	2619,054	22,44	116,712
	902,524	9,841	91,707

1	2	3	4
1,04594	17343,76	93,039	186,414
43,681	13083,18	65,864	198,640
70,84	8694,88	45,003	193,209
94,66	4346,858	29,305	148,331
	2516,971	20,86	120,662
	868,131	8,464	102,570

[1] Spalte 1: (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; $\xi_{Silikonöl}$ (mass,%); $\dot{m}$ / (kg/h)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Tab A5.4[1]: Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm, **n-Pentan/Silikonöl M100k**

1	2	3	4
2,927	18332,950	127,827	143,420
77,932	13145,750	69,162	190,072
70,84	8693,721	45,753	190,014
47,33	4235,101	26,312	160,958
	2707,722	19,71	137,376
	891,625	19,698	96,274

1	2	3	4
5,806	16883,56	115,772	145,834
107,833	12944,86	76,595	169,005
70,84	8506,238	47,876	177,674
47,33	4279,104	25,239	169,542
	2561,266	16,881	151,725
	857,095	8,408	101,938
	427,321	5,373	79,532

1	2	3	4
5,808	16768,600	110,309	152,014
108,219	12834,300	72,536	176,937
70,84	8499,012	45,125	188,344
94,66	4277,958	23,786	179,853
	2621,450	16,108	162,743
	879,817	7,522	116,973
	406,303	4,195	96,862

1	2	3	4
0,7689	18207,60	139,392	130,621
43,088	17004,09	129,752	131,051
89,97	8543,319	61,072	139,889
94,66	4387,870	35,395	123,97
	2709,703	25,036	108,234

1	2	3	4
0,823	13278,43	96,559	137,517
43,421	8592,579	67,097	128,061
89,97	4297,772	40,847	105,218
47,33	2629,22	27,69	94,95

[1] Spalte 1: (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; $\xi_{Silikonöl}$ (mass,%); $\dot{m}$ / (kg/h)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Tab A5.5[1]: Geschmirgeltes Kupferrohr, D = 8 mm, **n-Pentan/Silikonöl M100k**

1	2	3	4
1,972	16886,1	130,139	129,754
77,279	13015,24	88,862	146,467
89,97	8517,524	61,451	138,608
47,33	4340,483	37,605	115,423
	2586,731	24,682	104,804
	1595,087	16,364	97,475

1	2	3	4
1,959	16857,92	126,211	133,569
79,019	13104,78	85,388	153,472
89,97	8547,443	56,868	150,304
94,66	4369,772	34,056	128,312
	2543,087	22,003	115,578
	893,387	9,397	95,07

1	2	3	4
3,834	16605,33	130,797	126,955
107,647	12854,65	99,408	129,312
89,97	8559,219	61,245	139,754
47,33	4203,511	36,158	116,254
	2571,893	24,843	103,526
	846,128	9,768	86,626

1	2	3	4
3,780	16811,96	129,643	129,679
106,591	12953,34	97,964	132,226
89,97	8576,119	60,272	142,29
94,66	4329,345	33,199	130,407
	2614,387	21,806	119,89
	820,172	9,62	85,26

[1] Spalte 1: (von oben nach unten)*:* p_s/bar; T_s/°C; $\xi_{Silikonöl}$ (mass,%); $\dot{m}$ / (kg/h)
Spalte 2: Wärmestromdichte q/ W/m²
Spalte 3: Rohrwandüberhitzung ΔT/ K
Spalte 4: Wärmeübergangskoeffizient α/ W/m² K

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name:	Irhad Buljina
Geburtsdatum:	25. September 1978
Geburtsort:	Bugojno, Bosnien und Herzegowina

Schulausbildung

1985 – 1992	Gesamtschule Drvetine, Bugojno
1992 – 1994	Hauptschule- Süd, Bad Tölz
1994 – 1997	Berufsschule Bad Tölz-Wolfratshausen, Berufsfeld Zimmerer

Hochschulstudium

1999 – 2004	Maschinenbaustudium an der Universität „Dzemal Bijedic“, Mostar Vertiefungsrichtung: Konstruktionstechnik
2003 – 2004	Austauschstudent an der Universität Paderborn am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik, (Anfertigung der Diplomarbeit bei Prof.Dr.-Ing. Andrea Luke) als Stipendiat des Deutschen Akademischen Austauschdienstes (DAAD)
01/2004	Diplomhauptprüfung

Berufstätigkeit

03/2004 – 03/2005	wissenschaftliche Hilfskraft am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik der Universität Paderborn (Prof.Dr.-Ing. Roland Span)
03/2005 – 10/2006	wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik der Universität Paderborn (Prof.Dr.-Ing. Roland Span)
seit 10/2006	wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Thermodynamik der Ruhr-Universität Bochum (Prof.Dr.-Ing. Roland Span)